

Є. М. Панов
Г. М. Васильченко
С. В. Лелека
А. Я. Карвацький
І. О. Мікульонок

ВОГНЕТРИВКІ ФУТЕРІВКИ І ТЕПЛОІЗОЛЯЦІЯ ПЕЧЕЙ ЕЛЕКТРОДНОГО ВИРОБНИЦТВА

Монографія

Київ
КПІ ім. Ігоря Сікорського
2020

УДК [66.043.1+662.998]:621.365.32:004.942
В61

*Рекомендовано до друку Вченою радою
Національного технічного університету України
«Київський політехнічний інститут
імені Ігоря Сікорського»
(Протокол № 5 від 30.06.2020 р.)*

Рецензенти:

Б. І. Бондаренко, д-р техн. наук, акад. НАН України,
Інститут газу Національної академії наук України
А. А. Топоров, канд. техн. наук, доц.,
Донецький національний технічний університет

В61 Вогнетривкі футерівки і теплоізоляція печей електродного виробництва : монографія / Є. М. Панов, Г. М. Васильченко, С. В. Лелека, А. Я. Карвацький, І. О. Мікульонок – Київ : КПІ ім. Ігоря Сікорського, 2020. – 148 с.: іл. Бібліогр.: С. 135–144. 300 прим.

ISBN 978-617-7734-25-2

У монографії розглянуто наукові засади прогнозування фізичних властивостей сипких матеріалів різної рецептури на основі вуглецевих сипких матеріалів печей графітування електродного виробництва та визначення їх придатності для забезпечення температурних умов технологічного процесу та енергетичної ефективності обладнання.

Запропоновано шляхи підвищення терміну експлуатації пічного обладнання, зменшення питомих витрат електроенергії та шкідливих викидів у навколишнє середовище підприємств електродної промисловості завдяки використанню нових рецептур футерівки й теплоізоляції.

Для фахівців хімічного машинобудування та споріднених галузей виробництва, а також викладачів, аспірантів і студентів інженерно-хімічних спеціальностей закладів вищої освіти.

УДК [66.043.1+662.998]:621.365.32:004.942

© Є. М. Панов, Г. М. Васильченко, С. В. Лелека,
А. Я. Карвацький, І. О. Мікульонок, 2020
© КПІ ім. Ігоря Сікорського (ІХФ), 2020

ISBN 978-617-7734-25-2

ВСТУП

У сучасному промисловому виробництві широко використовують сипкі матеріали. Нехтування або неврахування властивостей сипких матеріалів приводить до порушення технологічного режиму, погіршення якості продукції. Тому випуск продукції високої та стабільної якості залежить не тільки від застосування сучасного технологічного обладнання, а й від наявної інформації про склад та фізичні властивості використовуваних і виготовлюваних сипких матеріалів.

Особливістю властивостей сипких матеріалів є їх залежність від розміру частинок. Водночас сипкі матеріали зручні в транспортуванні та застосуванні. Сучасна важка промисловість базується на високотехнологічних високотемпературних процесах, які потребують застосування матеріалів, стійких як до температурного, так і механічного навантаження. У металургійному та електротермічному виробництвах використовують різні види вуглецевих сипких матеріалів, які мають необхідні електричні, хімічні та теплові показники і визначають технологічні умови та характеристики виробничих агрегатів. Одним із широко використовуваних і доступних сипких вуглецевих матеріалів є кам'яновугільний кокс.

Виробництво електродної продукції характеризується значною енергоємністю та потребує заходів з енергозбереження. Кам'яновугільний кокс використовують не тільки як сировину для виготовлення вуглеграфітової продукції, а й як активний електричний опір та теплоізоляцію в електропечах графітування. Вихідними матеріалами для футерування й теплоізолювання печей електродного виробництва електродного графіту є нафтовий, пековий і кам'яновугільні кокси, кварцовий пісок, деревна тирса. Технологічні процеси виготовлення електродних виробів характеризуються високою температурою (понад 3000 К), значною енергоємністю та шкідливими викидами оксиду вуглецю. У печах графітування джерелом теплоти є електрична енергія (сумарні питомі витрати енергії (ПВЕ) складають понад 8000 кВт·год/т), а в печах випалу – рідке або газоподібне паливо (температура понад 1000 К, а ПВЕ складає понад 4320 МДж/т). У таких умовах зростають вимоги до властивостей футерувальних і теплоізоляційних матеріалів. Необхідно також враховувати вартість футерівки й теплоізоляції, тому що вони є витратними, оскільки після кожного розвантаження печей значна їх частина замінюється. На промисловому ринку з'явилися нові матеріали, але їхні властивості значно відрізняються залежно від виробника й сировинної бази. За високих температур властивості таких матеріалів взагалі невідомі. Інтенсифікація процесів, впровадження сучасних технологій, модернізація печей з метою зменшення енергетичних витрат, покращення якості готової продукції, підвищення продуктивності установок при зменшенні шкідливих викидів у навколишнє середовище неможливе за умови використання застарілих футерівок і теплоізоляції. Розрахунок теплових та електричних полів у печах графітування з внесеними конструкційними змінами із застосуванням відповідних математичних моделей дає змогу заощадити значні кошти та час. Вдосконалення теплоізоляції в цьому разі потребує відомих значень її коефіцієнта теплопровідності та

електропровідності (питомого електричного опору (ПЕО) як обернено пропорційної величини) за конкретних технологічних умов. Відсутність або нестача значень коефіцієнта теплопровідності і ПЕО сипких вуглецевих матеріалів потребує розроблення, створення установок для їх дослідження в широкому температурному діапазоні. Розробка ефективної теплоізоляційної шихти потребує дослідження властивостей від гранулометричного складу матеріалу та співвідношення різних складових наповнення.

Наукова цінність проведеної авторами роботи полягає в: отриманні температурних залежностей теплопровідності та питомого електричного опору сипкого кам'яновугільного коксу для різного фракційного, структурного складу та прикладеного тиску в інтервалі температур від 300–1300 К; визначенні кореляційної температурної залежності між теплопровідністю та питомим електричним опором для сипкого кам'яновугільного коксу різного фракційного та структурного складу; розробці рецептури ресурсо- та енергозберігаючих вогнетривких футерівок і теплоізоляційної шихти зі зниженими показниками викидів монооксиду вуглецю; науково-обґрунтованій експертизі за допомогою числового аналізу розроблених вогнетривких футерівки й високотемпературної теплоізоляції на підставі математичної моделі теплоелектричного стану печі графітування Ачесона, в якій враховується тепломасоперенесення вологи в сипких матеріалах та теплота хімічних реакцій.

Основним результатом цієї роботи є створення науково-технічної продукції у вигляді рецептури вогнетривкої теплоізоляційної шихти для печей графітування, що в сукупності є принципово новою розробкою.

У результаті проведення досліджень отримано:

- нову рецептуру матеріалів для футерування й теплоізолювання печей електродного виробництва, яка забезпечує підвищення терміну експлуатації обладнання при зменшенні ПВЕ та шкідливих викидів у навколишнє середовище;

- результати експериментальних досліджень з використанням методик та установок Науково-дослідного центру «Ресурсозберігаючі технології» Національного технічного університету України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського», що захищені відповідними патентами України, та числового аналізу (із застосуванням методу дискретного елемента) фізичних властивостей сипких матеріалів, зокрема, ефективних значень коефіцієнтів тепло- та електропровідності;

- рекомендації щодо застосування числових методів для прогнозування фізичних властивостей сипких матеріалів залежно від матеріального та гранулометричного стану;

- результати числових експериментів з визначення теплоелектричного стану печей Ачесона з підібраним складом матеріалів та порівняння з теплоелектричним станом діючих печей;

- рекомендації щодо впровадження у виробництво нових вогнетривких футерувальних та високотемпературних теплоізоляційних матеріалів;

- дані з експериментальної перевірки нових розробок з футерувальних та теплоізоляційних сипких матеріалів в умовах промислового виробництва.

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ, СИМВОЛІВ І СКОРОЧЕНЬ

| | |
|-----------------------|--|
| a | коефіцієнт температуропровідності, $\text{м}^2/\text{с}$; |
| A | амплітуда гармонійних коливань, $^{\circ}\text{C}$; |
| A_0 | максимальна амплітуда температури на осі зразка, $^{\circ}\text{C}$; |
| A_r | максимальна амплітуда температури на відстані r від осі по радіусу зразка, $^{\circ}\text{C}$; |
| b_i, b_{ii}, b_{ij} | коефіцієнти регресії; |
| c_p | масова ізобарна теплоємність, $\text{Дж}/(\text{кг}\cdot\text{K})$; |
| c_v | об'ємна теплоємність, $\text{Дж}/(\text{м}^3\cdot\text{K})$; |
| d | діаметр зерна, мм ; |
| d_1, d_2 | внутрішній і зовнішній діаметри циліндричного та сферичного шару, м ; |
| f | частота коливань температури, $1/\text{с}$; |
| F | площа, м^2 ; |
| g | прискорення вільного падіння, $\text{м}/\text{с}^2$; масова частка фракції в суміші; |
| H | об'ємна ентальпія, $\text{Дж}/(\text{м}^3\cdot\text{K})$; |
| i | індекс; |
| I | електричний струм, А ; |
| j_n | нормальна густина струму, $\text{А}/\text{м}^2$; |
| k_1 | коефіцієнт форми, що враховує неодномірність теплового потоку; |
| K | коефіцієнт форми для пластини, циліндра і кулі ($K=1, 2, 3$, відповідно); |
| l | довжина циліндричного шару, м ; відстань між потенційними дротами, м ; |
| m | температура охолодження (нагрівання); маса, кг ; загальна кількість точок; |
| M | кількість комірок у розрахунковій області; |
| n | кількість одиничних вимірювань; |
| \mathbf{n} | вектор нормалі до поверхні; |
| p | тиск, Па ; |
| q | густина теплового потоку, $\text{Вт}/\text{м}^2$; |
| \mathbf{q} | вектор густини теплового потоку, $\text{Вт}/\text{м}^2$; |
| q_1 | лінійна густина теплового потоку, $\text{Вт}/\text{м}$; |
| q_v | густина внутрішнього джерела теплоти в елементі, $\text{Вт}/\text{м}^3$; |
| Q | тепловий потік, Вт ; енергія, поглинена зразком, Дж ; |
| r | радіальна відстань, м ; відстань між дротами, м ; |
| r_e | контактний електричний опір, $\text{Ом}\cdot\text{м}^2$; |
| r_λ | контактний термічний опір, $(\text{м}^2\cdot\text{K})/\text{Вт}$; |
| r_1, r_2 | радіус кола, по якому розміщують внутрішню й зовнішню термопари в дослідній установці, мм ; |

| | |
|---------------|---|
| R | радіус циліндра або кулі, м; |
| R^2 | коефіцієнт детермінації; |
| S | площа поперечного перерізу, м ² ; |
| t | температура, °С; |
| T | термодинамічна температура, К; |
| U | електричний потенціал, В; |
| v | швидкість звуку, м/с; |
| V_w | швидкість руху ізотерм, м/с; |
| W | інтервал довірчої ймовірності; |
| x_i | значення факторів; |
| y | параметр оптимізації; |
| $X(x, y, z)$ | декартова система координат, м; |
| α | коефіцієнт тепловіддачі, Вт/(м ² ·К); «зіркове плече» в рототабельному центральному композиційному плануванні; |
| δ | товщина, м; |
| $\delta(x)$ | відносна похибка вимірювання величини x ; |
| Δt | різниця значень температури, °С; |
| $\Delta \tau$ | крок інтегрування за часом, с; |
| ε | ступінь чорноти; |
| λ | коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К); |
| ϑ | надлишкова температура тіла, °С; |
| ρ | густина, кг/м ³ ; питомий електричний опір Ом·мм ² / м; |
| σ | постійна Стефана–Больцмана, Вт/(м ² ·К ⁴); |
| $\sigma(x)$ | абсолютна похибка вимірювання величини x ; |
| τ | час, с; |
| ω | частота гармонійних коливань, рад/с. |

Основні індекси:

| | |
|----------|--------------------------------------|
| 0 | стосується початкового значення; |
| \wedge | стосується верхнього часового рівня; |
| d | стосується довкілля; |
| eff | стосується ефективного значення; |
| max | стосується максимального значення; |
| min | стосується мінімального значення; |
| відн | стосується похибки віднесення; |
| мет | стосується методичної похибки; |
| пр | стосується приладової похибки; |
| сист | стосується систематичної похибки; |
| ст | стосується стандартного зразка. |

Інші символи:

| | |
|----------|--|
| «+», «-» | означає, відповідно, праворуч і ліворуч від границі Γ ; |
| E_i | число Ейлера; |
| Rd | критерій, що залежить від співвідношення A_r/A_0 ; |

∇ – оператор Гамільтона («набла»);
∅ – діаметр.

Основні скорочення:

ГУ – граничні умови;
ЕВ ЧЕМК – електродне виробництво Челябінського електрометалургійного комбінату;
ОЗТ – обернена задача теплопровідності;
ІХФ – Інженерно-хімічний факультет;
кафедра – кафедра хімічного, полімерного та силікатного машинобудування КПП ім. Ігоря Сікорського;
ХПСМ – коефіцієнт корисної дії;
МКР – мулітокремнеземистий;
МСЕ – метод скінченних елементів;
МТЕ – механічний та теплоелектричний стан;
НДЦ «РТ» – Науково-дослідний центр «Ресурсозберігаючі технології»;
НЕЗ – Новочеркаський електродний завод;
КПП ім. Ігоря Сікорського – Національний технічний університет України «Київський політехнічний інститут імені Ігоря Сікорського»;
ПрАТ – приватне акціонерне товариство;
ПВЕ – питомі витрати енергії;
ПЕО – питомий електричний опір;
ПК – програмний комплекс;; персональний комп'ютер
ПФЕ – повний факторний експеримент;
РЦКП – рототабельне центральне композиційне планування;
ТХА – термопара хромель-алюмелева;
ТФХ – теплофізичні характеристики;
ЧЕЗ – Челябінський електродний завод;
ЧМЗ – Челябінський металургійний завод.

1. СУЧАСНИЙ СТАН ТА ТЕНДЕНЦІЇ РОЗВИТКУ ВИРОБНИЦТВА ВОГНЕТРИВКОЇ ФУТЕРІВКИ, ПЕРЕСИПКОВИХ МАТЕРІАЛІВ І ТЕПЛОІЗОЛЯЦІЇ В ЕЛЕКТРОДНОМУ ВИРОБНИЦТВІ

1.1. Вогнетривкі матеріали електродного виробництва та основні вимоги до їх фізичних властивостей

Вогнетривкими називають неметалеві матеріали, призначені для використання в умовах високих температур в теплових агрегатах з вогнетривкістю не нижче 1580 °С і вирізняються здатністю зберігати без суттєвих змін свої функціональні властивості (міцність, теплопровідність та ін.) [1–5].

Без вогнетривів практично немає іншого способу обмежити поширення теплоти в навколишнє середовище й підтримати тривалий час високі температури в робочому об'ємі теплоагрегатів. Вогнетриви можуть використовуватися як високотемпературні теплоізолятори, так і за наявності високої теплопровідності як провідники електричного струму або електроізолятори.

Вуглецеві вогнетриви – група вогнетривів, що майже повністю містять вуглець або вуглець становить (5–70) % як додаткове включення до інших вогнетривких компонент [6]. Розрізняють такі вуглецеві вогнетривкі вироби як вуглецеві, коксові та графітовані. Виробництво всіх їх різновидів здійснюється за однією й тією ж принциповою схемою. Всі вуглецеві вогнетриви створені на основі коксу, термоантрациту, вугільної смоли в результаті процесів спікання у відновлюваному середовищі за температури (1100–1450) °С (неграфітовані вогнетриви) чи близько 2500 °С (графітовані вогнетриви). Отримувані вуглецеві вироби містять (85–92) % вуглецю і менше 10 % сірки. Вони майже не плавляться й не деформуються за високих температур. Властивості вуглецевих вогнетривів значною мірою змінюються залежно від використовуваних сировинних матеріалів і технології їх виготовлення. За властивостями графітований матеріал суттєво відрізняється від звичайного вуглецевого. Він стає більш теплопровідним та електропровідним і легко піддається механічній обробці.

Графітовані вироби вирізняються анізотропією фізичних властивостей. Це обумовлено анізотропією кристалів графіту та їх переважним розміщенням вздовж довгих осей вуглецевих частинок. Значний вплив на ці властивості матеріалу чинить також орієнтація вуглецевих частинок, пов'язана з процесом формування виробу. Наприклад, тепло- та електропровідність графітованих виробів у напрямку, паралельному видавлюванню виробів, вищі, а коефіцієнт розширення нижчий, ніж у перпендикулярному напрямку.

Висока електропровідність і відсутність плавлення навіть за температури електричної дуги доповнюють вогнетривкі властивості вуглецевих вогнетривів та роблять їх зразковим матеріалом у печах із втопленою дугою, а графітовані –

у великих сталеплавильних електропечах та для виробництва спеціальних сплавів.

Важливим завданням технології вуглевмісних виробів є захист вуглецю від окиснення та зниження швидкості його окиснення [7].

Вуглецевий вогнетривкий матеріал використовують також у неформованому вигляді (гранульованому) як теплоізоляція та активний опір в електричних печах, реалізація яких у такий спосіб характеризується економічною доцільністю та зручністю використання [8, 9]. Такі електричні печі називають криптоловими, а як електричний опір використовують розмелений і термічнооброблений нафтовий кокс з розмірами зерен 1,5–7 мм і 0,5–1,5 мм [10].

Виготовлення електродної продукції та графітових виробів належить до галузі виробництва вогнетривких матеріалів.

Графітування – технологічна операція високотемпературної обробки (2500–3000 °С) коксу, вугілля та виробів з них [11]. Процес графітування належить до енергоємних виробництв. Витрата електроенергії залежно від виду й розміру виробів становить до 6500 кВт·год на 1 т виробу. Графітувальні печі відносяться до електричних печей опору, в яких активним опором служать графітовані матеріали, крізь які проходить електричний струм, нагріваючи його. Цінність таких печей полягає в можливості концентрування великої потужності в малих об'ємах, що дає змогу досягати температур вищих за 3000 °С [12]. У графітувальних печах можна здійснювати високотемпературну обробку кускових і порошкоподібних матеріалів.

Виготовлювані вогнетривкі матеріали можна поділити на такі види (ГОСТ 1446–79 [13]):

- вогнетривкі вироби (формовані вогнетриви), що мають певну геометричну форму та розміри;
- неформовані вогнетриви, що випускаються без визначеної форми у вигляді порошків, що використовуються після змішування з іншими компонентами, або у вигляді мас, безпосередньо готових до застосування.

Загальні вимоги до методів аналізу властивостей вогнетривких матеріалів і виробів сформульовано в ГОСТ 2642.0–86, відповідно до якого всі властивості вогнетривких матеріалів і виробів поділяють на робочі й фізичні.

Вогнетривкістю матеріалів називають їхню властивість протистояти, не розплавляючись, впливу високих температур (1580 °С і вище).

Залежно від вогнетривкості матеріали поділяють на вогнетриви: середньої (1580–1770 °С); високої (1770–2000 °С) і вищої (понад 2000 °С) вогнетривкості.

Термічна стійкість характеризує властивість вогнетривів протистояти, не руйнуючись, стрімким змінам температури [14]. Руйнування вогнетривких виробів відбувається в результаті виникнення в них внутрішніх напружень, пов'язаних з появою градієнта температури по перерізу виробу. При цьому величина внутрішніх напружень у вогнетривкому матеріалі залежить від його міцності, пружності, теплопровідності, термічного розширення, геометричних розмірів та умов теплообміну.

Серед важливих механічних властивостей потрібно виділити границю міцності на згин. Вогнетривкий матеріал має бути хімічно стійким.

Газопроникність вогнетривких виробів залежить від кількості каналних пор, їхніх розмірів і форми.

Пористість виробу значно впливає на термін експлуатації вогнетривів. Велика пористість виробів знижує їхню шлакостійкість, оскільки при цьому поліпшуються умови хімічної взаємодії зі шлаком через збільшення поверхні їх контакту. Пористість вогнетривких матеріалів перебуває в таких межах: динасові (20–25 %), шамотні (24–30 %), високоглиноземисті (10–30 %), периклазові (менше 25 %) і периклазохромисті (менше 23 %).

Температурний коефіцієнт лінійного розширення характеризує властивість матеріалу збільшувати свої лінійні розміри при нагріванні його на 1 К відносно початкової довжини випробовуваного зразка. Знаючи цей коефіцієнт, можна розрахувати величину температурного шва кладки.

Теплопровідність вогнетривкого матеріалу залежить від твердої фази й теплопередачі крізь пори. Потрібно зазначити, що вогнетриви, які містять велику кількість пор, мають низьку теплопровідність, тому мають високі теплозахисні властивості.

Теплопровідність композиційних матеріалів залежить від багатьох факторів: теплопровідності заповнювачів (компонентів), розміру та форми їх частинок, співвідношення фракцій, кінцевої густини, розмірів і форми пор та їх розподілу по об'єму.

Теплопровідність насипних зернистих матеріалів до 1000 °С майже не залежать від матеріалу частинок і визначається їхнім розміром, а за температури до 100–200 °С практично не залежать і від розміру частинок.

Електрофізичні властивості вогнетривів оцінюють за кількома параметрами: електроопір, діелектрична проникність, магнітні властивості та ін. Найбільше значення для масових промислових вогнетривів має електропровідність.

Електропровідність вогнетривів, як гетерогенних тіл, залежить від електропровідності їхніх фаз: аморфної, кристалічної структури та наявності чи характеристик порожнин між частинками сипкого матеріалу. Пори можуть як підвищувати, так і знижувати провідність струму. Вплив пористості на електропровідність подібний впливу на теплопровідність вогнетривких матеріалів. За деякої кількості ізольованих і рівномірно розподілених порожнин електропровідність зменшується майже пропорційно збільшенню пористості. За високої пористості її вплив виражений сильніше. У кераміці з високою електропровідністю порожнини знижують електропровідність, а в кераміці з низькою електропровідністю порожнини її збільшують. Це пов'язано з тим, що перенесення зарядів відбувається по поверхні порожнин. Збільшення електропровідності поверхні пор – поверхнева електропровідність – пов'язана з адсорбцією на поверхні порожнин оксидів і водяної пари. Поверхнева електропровідність помітно збільшує загальну електропровідність тільки за низької об'ємної електропровідності.

Істотний вплив на електропровідність виявляють домішки. При підвищенні температури електропровідність аморфної фази зростає швидше, ніж кристалічної діелектриків і в результаті загальна електропровідність збільшується. Якщо силікатна плівка буде покривати напівпровідникові кристали, то загальна електропровідність буде нижчою, адже за високих температур електропровідність напівпровідників вища, ніж аморфної силікатної фази.

Важливий інтерес представляють неформовані вогнетриви, які за наявних вогнетривких властивостей характеризуються зручністю у використанні шляхом заповнення порожнин складних форм, зручністю транспортування, можливістю регулювання фізичних властивостей завдяки використанню матеріалу різного гранулометричного складу.

Залежно від фізичного стану неформовані вогнетриви поділяються на сипкі (сухі й напівсухі); пластичні (у тому числі брикетовані) або плаstopодібні й рідкотекучі [7].

Виробництво вогнетривких виробів складається з таких технологічних переділів: 1) підготовка вихідних компонентів; 2) подрібнення, класифікація та зберігання порошків; 3) дозування та змішування компонентів шихти, отримання мас; 4) формування виробів; 5) термообробка (сушка та випал); 6) класифікація, упаковка, зберігання, транспортування.

Первинною сировиною для одержання електродних заготовок є продукти нафтової й кам'яновугільної промисловості: піролізні та крекінгові нафтові кокси, пекові кокси, кам'яновугільні пеки та смолпеки [15].

На стадії виробництва монолітної вуглеграфітової продукції кокс використовується як наповнювач, а як зв'язувальний і просочувальний матеріал – кам'яновугільні пеки з різними температурами розм'якшення та смолпеки. За температурою розм'якшення пеки поділяють на м'які, середні й тверді. Найбільшого поширення у виробництві вуглеграфітової продукції набули середньо- та високотемпературні пеки [16].

Виготовлення вуглеграфітових виробів включає низку технологічних процесів і операцій (на рис. 1.1 [17]).

Початкова підготовка вуглевмісної сировини здійснюється на першому етапі: подрібнення з наступним випалом, помелом і розсіюванням за фракціями.

Сировина із сховищ підлягає подрібненню, розмір кусків подрібнення матеріалу може досягати 40–45 мм. Після подрібнення матеріал надходить у прожарювальні печі з температурою прожарювання не нижче за температуру подальшого випалу (850–1300 °С). Під час прожарювання з наповнювача видаляються волога й леткі речовини, зростає його густина, механічна міцність, електропровідність, теплопровідність і термостійкість, змінюється структура речовини [18–21]. Прожарена сировина охолоджується й розмелюється з подальшим розсіюванням за фракціями. Після розсіювання сировина потрапляє в сортові бункери. Із них визначена кількість кожної фракції наповнювача і зв'язуючого подаються до змішувача. Фізичні властивості одержуваної вуглеграфітової продукції значною мірою залежать від складу суміші, тому кожен вид продукції має свою рецептуру суміші [22–24]. Шихта в змішувачах

перемішується протягом 1–5 год. При цьому температура перемішуваної маси підвищується до 125–150 °С.

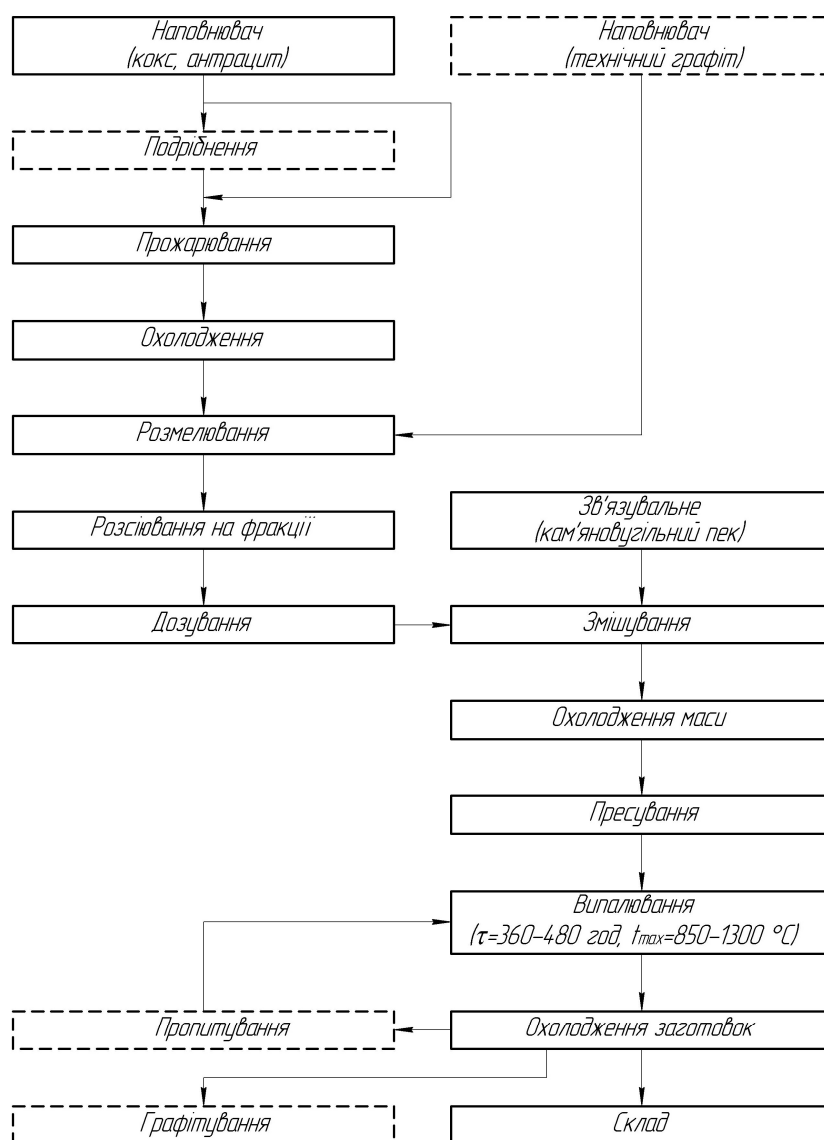


Рис. 1.1. Технологічна схема виробництва випаленої вуглеграфітової продукції

Отримана вуглецева маса за потреби охолоджується й подається в пресове відділення, де їй надають необхідну форму. Пресування маси виконують продавлюванням крізь мундштук певної форми або формуванням у закритій матриці. Вироби після пресування мають температуру близько 80 °С і для запобігання деформації під дією власної ваги їх охолоджують до затвердіння у водяному середовищі [25, 26].

Від способу й характеристик пресування значно залежать такі фізичні властивості вуглеграфітового матеріалу як густина, електро- і теплопровідність, механічна міцність [27]. При пресуванні в заготовках утворюється текстура, яка не зникає навіть після високотемпературної обробки й виявляється в тому, що електродні вироби мають різні теплофізичні й механічні властивості (тобто характеризуються анізотропією) залежно від напрямку відносно осі пресування [28].

Після пресування й подальшого охолодження вуглеграфітові вироби піддають випалюванню, під яким розуміють термічне оброблення спресованих виробів за температури 850–1300 °С, за якої органічне зв'язувальне переходить у кокс і скріплює частинки наповнювача. Випалювання заготовок здійснюється в печах різних конструкцій [31]. Технологія випалу змінюється залежно від конструкції печі. Не зважаючи на конструктивні відмінності печей випалювання, основні технологічні операції є схожими для всіх типів печей (завантаження, режим випалу, охолодження й вивантаження є обов'язковими).

Послідовність технологічних операцій випалювання вуглеграфітових електродних виробів складається зі стадій: підготовки та завантаження печі, випалювання заготовок, охолодження і розвантаження печі [19].

Підготовка печі до роботи полягає в її очищенні та профілактичному ремонті її конструкції. Завантаження печі починається із засипання в об'єм касет камер печі шару засипки завтовшки 100±25 мм. Далі встановлюються заготовки паралельно між собою, відстань між ними регулюється залежно від їхніх розмірів і схеми завантаження. Проміжки між заготовками заповнюються засипкою на 100–150 мм вище торців заготовок. Далі камера печі закривається теплоізолювальним укриттям – склепінням печі.

Випал здійснюється в печах завдяки теплоті спалюваного природного газу [32]. Тривалість випалу може складати 360–480 год. При цьому питомі витрати енергії (ПВЕ) становлять 3,9–4,5 ГДж/т. Для забезпечення цілісності, потрібної густини й міцності заготовок випалювання проводять різними темпами зростання температури: до 250 °С – до 2 К/год; 250–450 °С – до 1,5–2 К/год; 450–650 °С – до 4 К/год; вище 650 °С – до 5 К/год [33, 34].

Вивантаження випалених виробів здійснюється після повного охолодження камери печі.

Заключною стадією технологічного процесу виробництва вуглеграфітових виробів є процес графітування, який полягає у високотемпературному обробленні цих матеріалів у графітувальних печах за температури 2500–3000 °С.

Графітувальна піч складається з коритоподібної основи, викладеної з шамотового вогнетриву та двох стаціонарних торцевих стін з проміжками для укладання струмоподаючих електродних пакетів. Бокові стінки можуть бути розбірними та нерозбірними. При розрахунку ширини печі враховують не тільки максимальну довжину заготовок (які розміщені перпендикулярно осі печі), а й відстань між керном і боковою стінкою, яка заповнюється теплоізоляційною шихтою. Товщина цього шару залежить від теплопровідності шихти. Ефективний електричний опір печі досягається не завдяки варіюванню її довжини (на етапі проектування це також враховується), а за допомогою методу завантаження керна або застосуванням відповідної пересипки.

Оскільки піч графітування працює за температури понад 3000 °С, то відповідно використовувані матеріали мають бути вогнетривкими й відповідати їхнім експлуатаційним характеристикам.

Розглянемо конструкційні елементи печі графітування та основні вимоги до умов їхньої експлуатації. Каркас печі виготовлений із шамотної цегли й

потрібний для підтримання цілісності та габаритних розмірів печі, при цьому температура його зовнішньої поверхні не повинна перевищувати 100 °С (з точки зору охорони праці), а внутрішньої поверхні – не більше 1350 °С (границя експлуатаційної придатності кладки печі).

Подина печі представляє собою шамотну основу коритоподібної форми, яка набивається спеціальною сумішшю з піску та вуглецевого матеріалу, метою застосування якої є захист шамотної основи печі від впливу високих температур. Для будівництва графітувальних печей зазвичай застосовується шамотний вогнетрив (або жаростійкий бетон).

Торцева стіна представляє собою найбільш важливий елемент графітувальної печі та є найбільш вразливим. Вона має бути легкою й міцною, надійною в експлуатації, оскільки в ній розміщено струмоподавальний пакет. Виготовляється торцева стінка із шамотної кладки. Термін експлуатації торцевих стінок збільшується завдяки блоковому закладенню струмопідвідних електродів.

Бокові стінки зберігають об'єм завантажених заготовок і допоміжних матеріалів та виготовляються з шамотної кладки, оскільки застосування залізобетону та сталевих конструкцій приводить до зростання індуктивності контуру печі та витрата електроенергії.

Пересипкові шихтові матеріали розміщують між вертикальними рядами заготовок і представляють собою основні тепловиділяючі елементи, від яких у результаті контактної теплопровідності та теплового випромінювання нагріваються графітовані вироби. Пересипкові матеріали перетворюють електричну енергію на теплову і в кінцевому підсумку визначають тепловий режим печі графітування. Вони є основою електричного опору печі й тому визначають електричний режим роботи агрегату живлення. Питомий електричний опір застосовуваних в електродній промисловості вуглецевих матеріалів як пересипки значною мірою залежить від їхньої температури. Тому дуже важливим є питання впливу електрофізичних властивостей пересипкових матеріалів на формування температурного поля печі в процесі кампанії графітування, що у свою чергу визначає її електричні характеристики.

У практиці електродного виробництва як пересипкові матеріали використовують передусім шкаралупу кокосових горіхів.

Проведені дослідження [35] з використанням дослідних кампаній та математичного моделювання в печі графітування на основі пересипки фракційним складом до 30 мм з антрациту, сирого та графітованого коксів, коксового горішку, суміші коксового горішка з кам'яним вугіллям показали відмінний характер розподілу температури в поперечному перерізі керна печі. Було встановлено, що для пересипкових матеріалів, що характеризуються значною залежністю ПЕО від температури, на певній стадії кампанії графітування відбувається нерівномірне виділення джоулевої теплоти з високою концентрацією в центральній зоні керна й супроводжується збільшенням градієнта температури в тілі заготовок. Результати досліджень показали, що шкаралупа кокосового горіху дає змогу отримати достатньо рівномірне температурне поле протягом всієї кампанії графітування.

Ефективність роботи печі графітування залежить від ефективності використання теплоти на нагрівання заготовок та втрат теплоти. Основні втрати теплоти відбуваються крізь теплоізоляцію печі.

Важливим елементом печі графітування є шар теплоізоляційної шихти навколо керна печі. Товщина теплоізоляції значною мірою визначає ефективність використання теплової енергії в печі і, в кінцевому підсумку, – витрату енергії на графітування заготовок. Теплоізоляція також визначає надійність роботи вогнетривкої кладки і будівельних конструкцій печі, тобто експлуатаційні характеристики пічного обладнання. Тому велике значення мають чинники, що визначають теплову роботу цього технологічного елементу.

Основна вимога, що ставиться до теплоізоляційної шихти печі графітування, – це висока тепло- та електроізоляційна здатність, а також відсутність плавлення її компонентів за високих температур. Натепер у печах графітування як теплоізоляція використовується суміш піску, оборотного та сирого вуглецевого матеріалу й деревної тирси. Пісок, як відомо, плавиться за температури біля 1700 °С, тому він не задовольняє одну з вимог. Суміш піску й вуглецевого матеріалу характеризується вогнетривкими властивостями та при нагріванні до 1500–1600 °С утворює SiC, який не розкладається до температури 2300 °С.

Математичне моделювання [36] показало, що при використанні електропровідної шихти, якою є суміш коксу, піску й деревної тирси, в процесі розігрівання керна печі в теплоізоляції присутня незначна величина електричного струму, яка має тенденцію до зменшення. Це пояснюється більшим темпом падіння електричного опору керну з підвищенням температури, ніж це відбувається в теплоізоляції в результаті її прогрівання від керну печі.

Незначний вплив електропровідності на розподіл температури в печі графітування дає змогу припустити можливість заміни багатокомпонентної теплоізоляційної шихти (кокс, пісок, деревна тирса) однокомпонентною шихтою (на основі коксу) з раціональним фракційним складом. Водночас виключення зі складу деревної тирси та піску може сприяти поліпшенню екологічного стану виробництва.

1.2. Застосування числового моделювання фізичних полів печей електродного виробництва для визначення експлуатаційної придатності нових видів вогнетривкої футерівки, пересипки і теплової ізоляції

Вдосконалення процесу графітування – це вдосконалення теплової роботи пічного агрегату, що ґрунтується на достовірній інформації про температурні поля об'єкту. Це дає змогу встановити закономірності проходження процесів, виділити корисну роботу, втрати енергії та визначити експлуатаційну придатність нових видів вогнетривкої футерівки, пересипки й теплової ізоляції [37].

Аналітичний опис процесу теплопровідності в нерухомому ізотропному середовищі заснований на законах збереження енергії та Фур'є і приводить до диференціального рівняння теплопровідності з внутрішнім джерелом теплоти. Джерелом внутрішньої енергії є джоулева теплота. Управління процесом графітування здійснюють за електричними параметрами: потужністю, силою струму, напругою. Управління тепловими та електричними параметрами печі та можливість внесення конструкційних змін потребує встановлення зв'язку між електричними характеристиками процесу й формуванням температурного поля.

Експериментально цю задачу виконати важко, оскільки дослідження високотемпературних полів у вуглецевому середовищі представляє значні труднощі, а отримана інформація обмежена. Для вирішення поставленої задачі необхідне розроблення математичної моделі промислового процесу графітування в електричних печах опору.

Знамеровський [38–40] пропонує математичну модель об'ємного температурного поля печі графітування методом елементарних балансів енергії.

Алгоритм розрахунку температурного поля печі графітування складається з таких операцій:

1) за заданою схемою укладання заготовок і конструктивними характеристиками описують об'ємний простір печі (опис просторової сітки);

2) задають початковий розподіл температури;

3) розраховують електричний опір печі із врахуванням залежності електрофізичних властивостей завантажених у піч матеріалів від температури;

4) за заданим графіком введення потужності визначають загальну напругу, падіння напруги на керні і короткій мережі, струм в електричному ланцюзі;

5) розв'язують задачу розподілу джоулевої теплоти із врахуванням зміни електрофізичних властивостей вуглецевих матеріалів від температури;

6) розраховують теплофізичні характеристики (теплоємність, теплопровідність) залежно від температури;

7) визначають коефіцієнт тепловіддачі на поверхні печі залежно від температури печі;

8) розраховують температурне поле;

9) розраховують баланс енергії: кількість електроенергії, підведеної до агрегату графітування, до керну печі, втрати в короткій мережі, кількість енергії, витраченої на нагрівання заготовок, пересипки теплоізоляційної шихти на бічну та подову вогнетривку кладку печі, на нагрівання торцевих стінок печі і втрати теплоти крізь струмопідводи;

10) розраховують і підбирають мінімальну величину часового кроку для наступних ітерацій, після визначення якого здійснюють новий цикл розрахунків температурного поля.

На основі проведених розрахунків отримане задовільне зіставлення експериментальних та розрахункових результатів, що дає змогу стверджувати про адекватність математичної моделі (рис. 1.2, 1.3). Санніков стверджує [31, 36], що за допомогою числової моделі можна встановити залежність форми кривої введення електроенергії у піч від градієнта температури в об'ємі

заготовки, оцінити основні техніко-економічні показники агрегату графітування залежно від властивостей пересипкових і теплоізоляційних матеріалів, геометричних характеристик печі, схем укладання заготовок, характеристики короткої мережі, розробити науково-обґрунтовані агрегатні норми витрати енергії та ін.

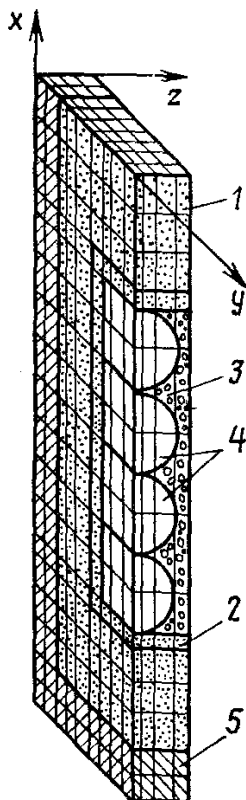


Рис. 1.2. Розрахунковий елемент печі:
1 – теплоізоляція; 2 – шунт;
3 – пересипка; 4 – заготовки; 5 – кладка

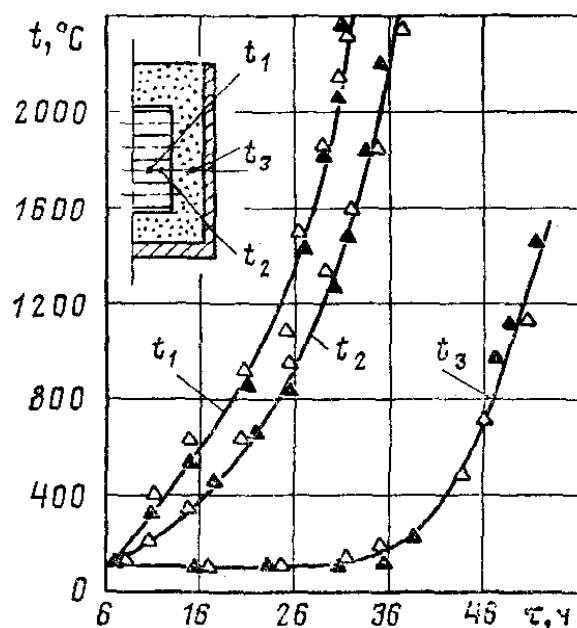


Рис. 1.3. Зміна температури в процесі нагрівання: ▲ і △ – експериментальні та розрахункові точки

Значний внесок у вдосконалення процесу графітування здійснено колективом науковців НДЦ «Ресурсозберігаючі технології», результати робіт яких являють собою цінні технічні рішення, рекомендації та математичні й числові моделі печей графітування різних типів.

Оперативну перевірку ефективності технічних рішень щодо зміни завантаження керна, регламенту підведення електричної потужності в піч, вологості пересипкових матеріалів тощо неможливо провести без виконання комплексу числових експериментів, що включають розрахунки механічного та теплоелектричного (МТЕ) станів (за допомогою методу скінченних елементів), миттєвого й результуючого енергобалансів печей Ачесона в процесі кампанії графітування електродних заготовок [41–44, 46–48]. Результати дискретизації (або скінченно-елементна сітка) твердотільних моделей (рис. 1.4) наведено на рис. 1.5.

Зазначені числові моделі дають змогу виконувати оцінку впливу зміни конструктивних і технологічних параметрів кампанії графітування на енергетичні показники роботи печей регламенту введення електричної

потужності, розмірів заготовок та їх укладання, геометрії керна, товщини теплоізоляційних і пересипкових шарів, фізичних властивостей матеріалів печі і керна з урахуванням різного вихідного вологовмісту і фракційного складу, теплообміну із зовнішнім середовищем та ін.

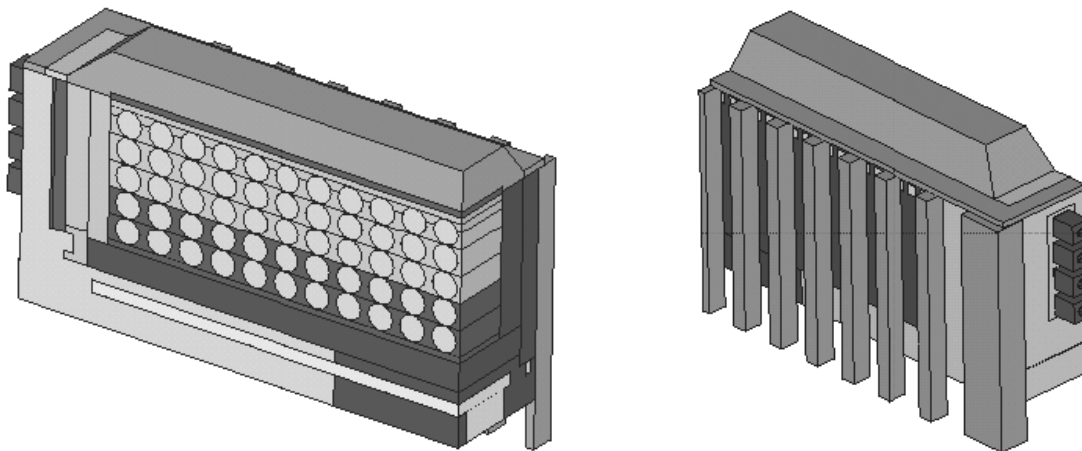


Рис. 1.4. Геометричні характеристики числової моделі механічного та теплоелектричного стану (МТЕ) стану печі графітування Ачесона змінного струму з заготовкою $\varnothing 400$ мм («вузька» з двома рядами струмопідводів): ліворуч – вигляд з боку осей симетрії; праворуч – загальний вигляд

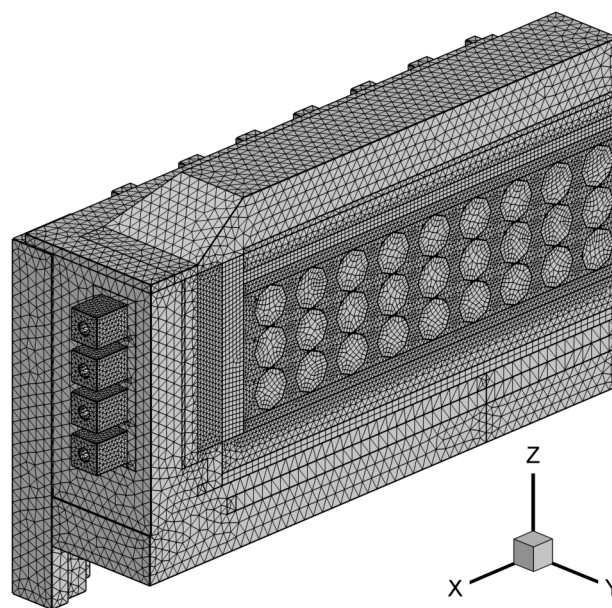


Рис. 1.5. Скінченно-елементна сітка числової моделі фізичних полів печі графітування Ачесона змінного струму з двома рядами струмопідводів і заготовками $\varnothing 500$ мм:
 $N_{\text{ел}}=645694$ – кількість скінченних елементів; $N_{\text{вуз}}=151767$ – кількість вузлів

Результатами застосування розроблених числових моделей є: електричні параметри печі – миттєві графіки зміни електричної потужності, напруги або сили струму залежно від типу граничних умов; миттєві графіки зміни рівнів температури керна і конструкційних елементів печі; графіки зміни швидкості нагріву керна і графітованих заготовок; теплові втрати у навколишнє середовище; миттєвий і результуючий енергобаланс печі [49, 50]; ступінь графітування заготовок, ККД і ПВЕ печі та ін.

Актуальність роботи полягає у вдосконаленні існуючих моделей з можливістю відображення реальної картини теплоелектричного стану печі графітування з подальшим визначенням експлуатаційної придатності нових видів вогнетривкої футерівки, пересипки й теплової ізоляції, що досягається використанням однокомпонентної теплоізоляційної шихти на основі кам'яновугільного коксу певного гранулометричного складу.

Вдосконалення теплоізоляції в цьому разі потребує відомих значень її коефіцієнта теплопровідності та електропровідності (ПЕО як обернено пропорційної величини) за конкретних технологічних умов. Відсутність або нестача значень коефіцієнта теплопровідності і ПЕО сипких вуглецевих матеріалів потребує розроблення та створення установок для їх дослідження в широкому температурному діапазоні.

1.3. Методи та установки для дослідження фізичних властивостей вогнетривких матеріалів

У літературі наявні значні напрацювання з дослідження коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору кам'яновугільних коксів різного походження, які характеризуються широким діапазоном вимірюваних величин, неповнотою відомостей про фракційний склад досліджуваного матеріалу, невідповідністю умовам вимірювань, що дали б змогу наблизитися до технологічних умов в печах графітування (25–30 кПа) з метою їхнього подальшого використання в розрахунках теплоелектричних полів. Така ситуація створює підстави для більш детального дослідження коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору кам'яновугільного коксу в діапазоні температури 100–1000 °С та гранулометричним складом 0–10 мм. Водночас відсутність теплофізичного устаткування, яке дало б змогу вирішити цю проблему, потребує розроблення та створення установки з потрібними технічними характеристиками. Для цього проаналізуємо існуючі методи та установки, які б дали змогу здійснити вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипких вуглецевих матеріалів у високотемпературному діапазоні.

1.3.1. Стаціонарні методи визначення коефіцієнта теплопровідності

Більшість експериментальних стаціонарних методів ґрунтується на спостереженні за температурним полем, що створюють тепловим потоком у досліджуваному тілі. Для стаціонарного температурного поля застосовують закон Фур'є [51]

$$Q = -\lambda \frac{\partial t}{\partial n} F \quad (1.1)$$

і диференціальне рівняння теплопровідності

$$\frac{\partial^2 t}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial z^2} = 0, \quad (1.2)$$

де Q – тепловий потік, Вт; λ – коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К); t – температура, °С; \mathbf{n} – вектор зовнішньої нормалі до поверхні тіла; F – площа поверхні, крізь яку проходить тепловий потік, м²; x, y, z – декартові координати, м.

Рівняння (1.1) і (1.2) дають змогу отримати частинні розв’язки для тіл певної геометричної форми за заданих умов однозначності. Розв’язання диференціальних рівнянь (1.1) і (1.2) для одномірного температурного поля тіла з простою геометричною формою дає змогу знайти його коефіцієнт теплопровідності:

$$\lambda = \frac{Q}{t_{c1} - t_{c2}} K, \quad (1.3)$$

$$K = \frac{\delta}{F}, \quad K = \ln\left(\frac{d_2}{d_1}\right) \frac{1}{2\pi l}, \quad K = \left(\frac{1}{d_1} - \frac{1}{d_2}\right) \frac{1}{2\pi}, \quad (1.4)$$

де K – коефіцієнт форми досліджуваного зразка матеріалу, відповідно для плоского, циліндричного та сферичного шару, 1/м; t_{c1}, t_{c2} – значення температури поверхонь дослідного зразка, °С; δ – товщина плоского шару, м; l – довжина циліндричного шару, м; d_1, d_2 – відповідно внутрішній і зовнішній діаметри циліндричного та сферичного шару досліджуваної речовини, м.

Залежність (1.3) є розрахунковим рівнянням стаціонарних методів пластини, коаксіальних циліндрів та кулі з відповідними коефіцієнтами форми досліджуваного матеріалу (1.4). Загальний принцип вимірювання коефіцієнта теплопровідності полягає у визначенні теплового потоку Q , що проходить крізь дослідний зразок заданих розмірів, і перепаду температури, виміряного на обох його ізотермічних поверхнях [52–55].

Стаціонарні методи пластини, коаксіальних циліндрів, кулі характеризуються простотою методики. Водночас при їхній практичній реалізації виникають труднощі з точністю вимірювання теплових потоків, що проходять крізь досліджуваний матеріал. Незважаючи на те, що метод кулі дає змогу створити одномірний тепловий потік без застосування охоронних нагрівників та адіабатичних пристроїв, він відрізняється складністю виготовлення деталей кульової форми, потребує точного центрування куль, рівномірності заповнення кульового простору у випадку дослідження сипкого матеріалу. Для створення одномірного температурного поля при застосуванні методу пластини потрібно використовувати бічні нагрівники, тоді як для методу коаксіальних циліндрів – торцеві, використання яких можна уникнути в разі додаткового «утеплення» торців. Похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності матеріалів стаціонарними методами становить близько 5–10 %.

До стаціонарних методів також належить метод Кольрауша (F. Kohlrausch) [56–59] для визначення коефіцієнта теплопровідності електропровідних матеріалів. Метод ґрунтується на пропусканні електричного струму крізь

досліджуваний матеріал, вимірюванні розподілу температури вздовж зразка і теплоти, що в ньому виділяється. Джоулева теплота, що виділяється в зразку, відводиться крізь торці та випромінюється з поверхні. Вздовж зразка встановлюється стаціонарний розподіл температури з максимумом у його центральній частині. Для розрахунку коефіцієнта теплопровідності методом прямого нагрівання використовують рівняння

$$\lambda = \frac{I^2 \rho}{(T_{\text{ц}} - T_{\text{т}}) S^2}, \quad (1.5)$$

де I – електричний струм, що пропускається крізь досліджуваний матеріал, А; ρ – питомий електричний опір матеріалу, Ом·м; S – площа поперечного перерізу досліджуваного зразка матеріалу, м²; $T_{\text{ц}}$ – температура в центрі зразка, К; $T_{\text{т}}$ – температура на торцях зразка, К.

Особливістю застосування методу прямого нагрівання є його придатність лише для матеріалів з досить високою електропровідністю. Незважаючи на те, що в НДР розглядається кам'яновугільний кокс, який є електропровідним матеріалом, цей метод для дослідження теплопровідності застосувати неможливо, оскільки сипкий матеріал через вплив контактного опору між частинками має ускладнений характер зв'язку коефіцієнта теплопровідності та електропровідності.

1.3.2. Нестационарні методи визначення коефіцієнта теплопровідності

При дослідженні теплопровідності методом нестационарного теплового потоку використовуються диференціальні рівняння [53, 60, 61]:

$$\frac{\partial Q_{\tau}}{\partial \tau} = -\lambda \frac{\partial t}{\partial n} F, \quad (1.6)$$

$$c_p \rho \frac{\partial t}{\partial \tau} = \lambda \left(\frac{\partial^2 t}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial z^2} \right), \quad (1.7)$$

де c_p – масова ізобарна теплоємність, Дж/(кг·К); ρ – густина, кг/м³.

Розрахункові рівняння для нестационарних режимів теплопровідності більш складні, ніж для стаціонарних. Тому нестационарні методи дослідження теплових властивостей недостатньо розроблені й менш розповсюджені, хоча і мають низку переваг порівняно зі стаціонарними методами, даючи змогу зменшити тривалість дослідів та знизити вимоги до теплоізоляції.

Серед нестационарних методів потрібно виділити найбільш поширені: регулярного теплового режиму I та II роду, періодичного нагрівання (температурних хвиль), монотонного нагрівання, гарячого дроту, паралельних дротів, лазерного спалаху.

Теорія регулярного теплового режиму була розроблена Г. М. Кондратьєвим [61] і надалі розвинута іншими дослідниками [62–69].

Методи регулярного теплового режиму характеризуються впорядкованістю процесу, тобто температура в досліджуваному тілі не залежить від початкового стану, а визначається лише умовами на границі тіла.

Метод регулярного режиму першого роду характеризується впорядкованою стадією охолодження (нагрівання) тіла в середовищі з температурою $t_c = \text{const}$ і коефіцієнтом тепловіддачі $\alpha = \text{const}$, при цьому змінення температури в часі для будь-якої точки тіла описується експоненціальною функцією

$$\vartheta = t - t_c = AUe^{-m\tau}, \quad (1.8)$$

де ϑ – надлишкова температура тіла, °С; t – температура у фіксованій точці тіла, °С; t_c – температура середовища, °С; A – коефіцієнт, що залежить від форми тіла і початкового розподілу температури; U – функція координат; m – темп охолодження (нагрівання), значення постійне й незалежне від координат і часу τ , К/с.

Експеримент проводять розміщенням зразка в середовище (зазвичай рідину) з температурою t_c , де створені умови нескінченно великого значення коефіцієнта тепловіддачі α між рідиною і тілом. Теорія регулярного режиму встановлює залежність темпу нагрівання (охолодження) тіла від його фізичних характеристик, геометричної форми й розмірів, а також умов теплообміну з навколишнім середовищем. Визначення темпу нагрівання (охолодження) здійснюють на основі даних зміни температури тіла з часом $\ln \vartheta = f(\tau)$

$$m = \frac{\ln \vartheta_1 - \ln \vartheta_2}{\tau_2 - \tau_1}. \quad (1.9)$$

Коефіцієнт теплопровідності досліджуваного матеріалу визначають за розрахованим темпом охолодження (нагрівання).

До переваг методу регулярного режиму першого роду можна віднести високу точність експерименту, малу тривалість дослідів, простий вигляд формул для обробки експериментальних результатів. Недоліками методу є необхідність забезпечення експерименту краплинним середовищем (рідиною) з великим значенням коефіцієнта тепловіддачі, теорія методу потребує постійної температури середовища t_c протягом усього досліду.

Метод регулярного режиму другого роду (квазістаціонарного режиму) характеризується тим, що змінення температури у всіх точках тіла в часі відбувається за лінійним законом зі швидкістю, рівною швидкості змінення температури середовища. У цьому випадку граничні умови характеризуються постійним коефіцієнтом тепловіддачі й температурою середовища, що змінюється з постійною швидкістю

$$t_p = t_c + m\tau, \quad (1.10)$$

де t_p – температура середовища, °С.

Метод регулярного режиму другого роду є деяким «ідеальним» варіантом, важко реалізовуваним на практиці, тому що в більшості досліджуваних матеріалів шуканий коефіцієнт теплопровідності не є постійним, а істотно залежить від температури, тому реєстровані в процесі експериментів температури на осі та поверхні зразка виходять не у вигляді прямих ліній, а мають вигляд монотонних кривих.

Метод монотонного нагрівання є узагальненням методу регулярного режиму другого роду (квазістаціонарного режиму) на випадок змінної швидкості температурного перепаду в зразку й температурної залежності коефіцієнта теплопровідності [70, 71].

У процесі проведення досліду зразок нагрівають з постійним тепловим потоком на поверхні, а температуру тіла вимірюють поблизу поверхні та на осі, що для визначення коефіцієнта теплопровідності дає змогу використати формулу [71, 72]

$$\lambda = \frac{qR}{2K\Delta t} (1 + \sum \Delta\sigma), \quad (1.11)$$

де q – густина теплового потоку, що проходить крізь поверхню зразка, Вт/м²; R – радіус циліндра або кулі (для пластини R дорівнює половині її товщини), м; K – коефіцієнт форми для пластини, циліндра і кулі ($K = 1, 2, 3$, відповідно); Δt – перепад температури між поверхнею і центром зразка, К; $\sum \Delta\sigma$ – поправки, що враховують нелінійність коефіцієнта теплопровідності, контактний опір, бічний теплообмін.

Реальні умови виконання експериментів методом монотонного теплового режиму не збігаються з теоретичними передумовами, тому необхідно завжди вносити поправки $\sum \Delta\sigma$. Виключення цих поправок конструктивним шляхом значно ускладнює схему приладів.

Метод регулярного режиму третього роду (температурних хвиль) полягає у створенні на поверхні досліджуваного тіла гармонійних коливань температури, причому температура у внутрішніх точках зразка змінюється за гармонійним законом з тією ж частотою, що й температура поверхні [72]

$$t = t_c + A \cos(\omega\tau), \quad (1.12)$$

де t_c – середнє значення температури, °С; A – амплітуда гармонійних коливань, °С; ω – кутова частота гармонійних коливань, рад/с; τ – час, с.

Колівання температури на поверхні зразка досягають за допомогою періодичного теплового потоку. За досить великих частот коливань і за малої товщини зразка виявляється, що зрушення фаз майже не залежить від теплообміну на границях. Коефіцієнт температуропровідності зразка однозначно пов'язаний з кутом зрушення фаз, товщиною зразка й частотою коливань [56, 58, 74]. Коефіцієнт температуропровідності розраховують з настанням регулярного режиму шляхом визначення амплітуди коливань A_r та A_0 , за відношенням яких з

використанням заздалегідь відомої теоретичної залежності визначають значення критерію $Pd = f(A_r/A_0)$

$$a = (\omega r^2)/Pd, \quad (1.13)$$

де ω – кутова частота коливань температури, рад/с; r – радіальна відстань, м; Pd – критерій, що залежить від співвідношення A_r/A_0 ; A_r – максимальна амплітуда температури на відстані r від осі по радіусу зразка, °С; A_0 – максимальна амплітуда температури на осі зразка, °С.

Цей метод дає змогу визначити питому теплоємність досліджуваного матеріалу за вимірами амплітуди коливань температури, а отже і його коефіцієнт теплопровідності. Незважаючи на переваги методу температурних хвиль у можливості комплексного вимірювання теплофізичних величин в одному досліді, простоті реєстрації фазового зсуву температурних хвиль у часі, основними недоліками даного методу є низька точність вимірювання коефіцієнтів теплопровідності й теплоємності, що обумовлено динамічними похибками через вплив теплоємності та періодичної складової потужності нагрівника, амплітудних періодичних складових температури, втрати зразком теплоти внаслідок теплообміну з навколишнім середовищем, контактний опір між зразком і нагрівником. Необхідною умовою застосування методу є зменшення товщини зразка, тому його застосування для сипких матеріалів різного фракційного складу є неможливим.

Метод гарячого дроту широко застосовують для вимірювання коефіцієнта теплопровідності різних вогнетривких матеріалів. Цей метод стандартизований нормативами ДСТУ ISO 8894-1 [75] і ДСТУ ISO 8894-2 [76] як метод хрестовини та паралельних дротів, відповідно.

Метод хрестовини передбачає вимірювання коефіцієнта теплопровідності матеріалів значенням не вище 1,5 Вт/(м·К) (при використанні спаю термопари на нагрівальному дроті) та не вище 15 Вт/(м·К) (при використанні термометра опору як нагрівального дроту) в температурному діапазоні 20–1250 °С. Цей метод можна застосовувати для порошкових і гранульованих матеріалів.

Метод хрестовини базується на вимірюванні підвищення температури лінійного джерела теплоти, встановленого в зразку, при виділенні цим джерелом постійного теплового потоку протягом невеликого проміжку часу [56, 71]. Як джерело теплоти використовують дріт, крізь який пропускають електричний струм. У схемі методу застосовують два способи вимірювання температури гарячого дроту: 1) привареною термопарою до середини дротового нагрівника з перпендикулярно розміщеними до нього електродами; 2) безпосередньо дротовим нагрівником, який представляє собою платиновий термометр опору.

Після подачі напруги на дріт його температура змінюється за експоненціальним законом (у напівлогарифмічному масштабі – лінійному). Змінення температури з часом і значення потужності є достатніми для визначення коефіцієнта теплопровідності за формулою

$$\lambda = \frac{1}{4\pi} \frac{UI \ln(\tau_2/\tau_1)}{l (t_2 - t_1)}, \quad (1.14)$$

де I – сила електричного струму, що проходить крізь дріт, А; U – падіння напруги на робочій ділянці, В; l – довжина робочої ділянки, м; t_2, t_1 – температура в моменти часу τ_2, τ_1 , відповідно, °С.

Метод паралельних дротів дає змогу вимірювати коефіцієнт теплопровідності не вище 25 Вт/(м·К) у діапазоні температур від кімнатної до 1250 °С.

Суть методу полягає в задаванні постійної електричної потужності на дроті високого опору, що вбудований у дослідний зразок. Термопару вмонтовано на певній відстані від гарячого дроту. Збільшення температури з часом є мірою коефіцієнта теплопровідності матеріалу, з якого виготовлено дослідні зразки

$$\lambda = \frac{UI}{4\pi l} \frac{\text{Ei}\left(\frac{r^2}{4a\tau}\right)}{T(r, \tau) - T_0}, \quad (1.15)$$

де $T(r, \tau)$ – кінцева температура, К; T_0 – початкова температура, К; r – відстань між дротами, м; τ – час, с; l – довжина робочої ділянки гарячого дроту, м; U – падіння напруги на робочій ділянці гарячого дроту, В; I – струм, що проходить крізь дріт високого опору, А; a – коефіцієнт температуропровідності, м²/с; Ei – число Ейлера.

Перевагами методу гарячого дроту є проста форма зразків, відсутність обмежень на мінімальне значення коефіцієнта теплопровідності випробовуваних матеріалів, можливість обмежитися одним датчиком температури. Його недоліком у разі його застосування для вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипких вуглецевих матеріалів є непридатність для електропровідних матеріалів з різним фракційним складом, оскільки гранули складної форми із повітряними прошарками спричиняють неоднозначність у місцях контакту з гарячим дротом.

Метод лазерного спалаху найбільш часто застосовують для визначення теплофізичних властивостей твердих речовин, який може бути застосовано в широкому діапазоні температур (від мінус 100 °С до 3000 °С) [59, 77, 78]. Суть методу лазерного спалаху полягає в тому, що короткий імпульс променистої енергії поглинається в тонкому шарі фронтальної поверхні плоского зразка – «таблетки». Змінення температури реєструють на тильній поверхні зразка. Для достовірного визначення коефіцієнта температуропровідності матеріалу методом лазерного спалаху застосовують ідеалізовану математичну модель, розроблену Паркером [79], що передбачає однорідність зразка, одномірність теплового потоку в зразку, відсутність теплових втрат, незалежність властивостей від температури, нескінченно короткий тепловий імпульс. Для практичного застосування цього методу потрібно враховувати неідеальність умов експерименту. Таким чином, розрахункові формули для визначення

коефіцієнта температуропровідності, теплоємності та коефіцієнта теплопровідності мають вигляд:

$$a = \frac{1,388\delta^2}{\pi^2\tau_{1/2}}, \quad (1.16)$$

$$c_p = \frac{Q}{t_{\max}m}, \quad (1.17)$$

$$\lambda = ac_p\rho, \quad (1.18)$$

де a – коефіцієнт температуропровідності, $\text{м}^2/\text{с}$; c_p – масова ізобарна теплоємність, $\text{Дж}/(\text{кг}\cdot\text{К})$; λ – коефіцієнт теплопровідності, $\text{Вт}/(\text{м}\cdot\text{К})$; δ – товщина зразка, м ; m – маса зразка, кг ; ρ – густина зразка, $\text{кг}/\text{м}^3$; $\tau_{1/2}$ – час досягнення половини амплітуди перегріву зразка, с ; Q – енергія, поглинена зразком, Дж ; t_{\max} – амплітуда перегріву зразка, К .

Основними перевагами цього методу є нетривалі вимірювання, комплексність вимірюваних величин, широкий інтервал температури. До недоліків методу можна віднести високу вартість апаратури, збільшення втрат теплоти за час поширення імпульсу з поверхні зразка в навколишнє середовище зі збільшенням його розмірів, неможливість його застосування для сипкого матеріалу різного гранулометричного складу.

Варто виділити методи, що ґрунтуються на розв'язку оберненої задачі теплопровідності (ОЗТ), і при цьому не потребують створення складних експериментальних установок [56, 80]. Ці методи визначення коефіцієнта теплопровідності складаються з двох основних частин: 1) методики розв'язку оберненої задачі теплопровідності, що включає математичну модель тепломасоперенесення в досліджуваному матеріалі; 2) експериментального визначення температурних полів у зразках досліджуваних матеріалів.

Обернені задачі теплопровідності за своєю сутністю є некоректно поставленими, тому що проявляється порушення причинно-наслідкових зв'язків (порушення третьої умови Адамара). Тобто, за відомим температурним полем (наслідок) шукають коефіцієнти рівняння теплопровідності – коефіцієнт теплопровідності і питому об'ємну теплоємність (причини). Імпульс розвитку методології числового розв'язку обернених задач теплопровідності дали праці А. Н. Тихонова [81]. Введення в його працях поняття регуляризувального алгоритму дало змогу перевести велику кількість некоректних за Адамаром задач в клас умовно коректних і отримати їхні рішення.

К. Б. Ісаєв запропонував метод розв'язку ОЗТ [56], що ґрунтується на квазістаціонарному режимі нагрівання і характеризується простотою співвідношень для отримання теплофізичні характеристики (ТФХ) у нелінійному одновимірному випадку. Реалізують цей метод вимірюванням температури в часі у двох перерізах зразка досліджуваного матеріалу за умови квазістаціонарності.

Вираз для визначення коефіцієнта теплопровідності матеріалу в будь-якому температурному інтервалі за відомого значення об'ємної теплоємності $C_{v0} = \text{const}$ і потужності внутрішнього джерела теплоти $q_v = 0$ має вигляд

$$\lambda(\bar{T}_m) = \frac{V_w^2 (\tau_{m+1} - \tau_m) C_{v0}}{\ln \left[1 + \frac{t_{m+1} - t_m}{t_m - t_0} \right]}, i = \overline{0, N}; m = i + 1; \bar{t}_m = (t_m + t_{m+1}) / 2, \quad (1.19)$$

де V_w – швидкість руху ізотерм, м/с; τ_{m+1}, τ_m – $(m+1)$ -й та m -й інтервал часу, с; t_{m+1}, t_m – температура в $(m+1)$ -й та m -й інтервал часу, °С; t_m, t_0 – температура в m -й і початковий інтервал часу, °С.

К. Б. Ісаєв також запропонував екстремальний метод, у якому використовується ітераційний метод Ньютона–Гауса для оцінки параметрів нелінійної математичної моделі теплоперенесення для необмеженої пластини з граничними умовами першого роду. Відповідно до цього методу шукають такий вектор параметрів коефіцієнта теплопровідності $\mathbf{k} = [k_1, \dots, k_i, \dots, k_m]$, для якого значення неув'язки $F_i(\mathbf{k})$ прямує до мінімуму

$$F_i(\mathbf{k}) = \sum_i^m [t_{iM}(\mathbf{k}) - t_{iE}]^2 \rightarrow \min, \quad (1.20)$$

де t_{iE}, t_{iM} – експериментальні та модельні (отримані розв'язанням прямої задачі теплопровідності) значення температури в i -й просторово-часовій точці області рішення задачі, °С; m – загальна кількість цих точок.

Шукану температурну залежність коефіцієнта теплопровідності представляють у вигляді функціонального ряду, базисними функціями якого є кубічні сплайни. Для пошуку вектора шуканих параметрів використовують ітераційну ідентифікацію. При цьому приріст вектора шуканих параметрів визначають з розв'язку системи лінійних алгебраїчних рівнянь за допомогою методу найменших квадратів з використанням методу регуляризації А. Н. Тихонова. Для реалізації цього методу необхідне вимірювання зміни температури з часом у трьох-чотирьох перерізах зразка досліджуваного матеріалу.

Попри переваги методів цієї групи в можливості визначення ТФХ найрізноманітніших матеріалів в різних умовах їх нагрівання, простоті розрахункових формул, методи ОЗТ є наближеними методами обчислення коефіцієнта теплопровідності, результати яких залежать від похибки вхідних даних. Вимірювання температури в кількох точках сипкого матеріалу контактним способом характеризується невизначеністю положення і контакту з гранулою або міжчастинковим простором, що вносить додаткову похибку. Недоліком методу регуляризації є значний обсяг обчислень, пов'язаний з процедурою пошуку потрібного значення параметра регуляризації та згладжуванням рішення в межах похибки вимірювання. Згладжування

отримуваної кривої досягають розширенням діапазону похибки вимірювання, що у свою чергу збільшує ризик відхилення від істинного значення. Методи ОЗТ, реалізовані К. Б. Ісаєвим, були застосовані до композитних матеріалів, що мають монолітну структуру та невеликі розміри, що не може гарантувати точності в разі вимірювання сипкого матеріалу різного гранулометричного складу.

Незважаючи на переваги нестационарних методів вимірювання коефіцієнта теплопровідності в можливості проведення експресних комплексних вимірювань, простоті геометрії зразків, більшість методів надійно реалізовані лише за кімнатної й середньої температури. Нестационарні методи характеризуються складністю розрахункових формул і забезпечення необхідних граничних умов, необхідністю створення значних градієнтів температури в досліджуваному зразку та проблематичністю застосування для сипких електропровідних матеріалів. Тому в подальшому розглянемо реалізацію стаціонарних методів пластини та коаксіальних циліндрів, оскільки вони дають змогу визначати коефіцієнт теплопровідності будь-яких матеріалів з високою точністю за допомогою нескладного вимірювального обладнання.

1.3.3. Установки для визначення коефіцієнта теплопровідності матеріалів

Серед установок, що реалізують метод пластини, відомою є експериментальна установка, що описана в ГОСТ 12170–85 «Огнеупоры. Стационарный метод измерения теплопроводности» і дає змогу вимірювати коефіцієнт теплопровідності вогнетривів в діапазоні від 0,13 Вт/(м·К) до 15 Вт/(м·К) при стаціонарному одномірному температурному полі в плоскому зразку і при температурі на гарячій стороні зразка від 400 °С до 1350 °С [82, 83].

В основу установки входить електричний піч, що забезпечує одностороннє нагрівання дослідного зразка до заданої температури. Піч складається з двох частин: верхньої та нижньої. У верхній частині розташовано нагрівники, а в нижній частині печі в одній горизонтальній площині – калориметр із охоронним кільцем і водяною оболонкою. Калориметр призначений для вимірювання теплового потоку, що створює перепад температури на дослідному зразку. Відносна похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності установки не перевищує 15 %.

Прилад дає змогу використовувати прості форми дослідних зразків (паралелепіпед) та нагрівати їх до високої температури. До недоліків цієї установки потрібно віднести складність експлуатації калориметричної системи і системи термостатування води, низька середня температура зразка і значний температурний градієнт, який при розрахунку коефіцієнта теплопровідності дає суттєву похибку віднесення.

Уникнути використання калориметра та вимірювання теплового потоку крізь дослідний зразок запропоновано за допомогою установки [84], у якій дослідний зразок розміщують між матеріалами з відомою температурною

залежністю коефіцієнта теплопровідності, по температурних перепадах яких здійснюють розрахунок шуканого коефіцієнта теплопровідності. Однак в цьому разі виникають складнощі у виборі еталонного матеріалу для високотемпературного діапазону.

Також відома установка, що реалізує метод пластини (ДСТУ ISO 8302:2008 «Теплоізоляція. Визначення теплового опору та пов'язаних з ним характеристик в ustalеному режимі приладом із захищеною гарячою пластиною» [85]). Відповідно до цього методу тепловий потік створюють центральним нагрівником, зверху та знизу якого розміщено зразки досліджуваного матеріалу, а з холодної сторони зразків встановлено додаткові нагрівники з нижчою температурою. Розрахунок коефіцієнта теплопровідності матеріалу здійснюють за відомою формулою, що впливає із закону Фур'є, і здійснюють за відомими значеннями потужності центрального нагрівника, товщини зразка і різницею температури на гарячій та холодній стороні зразків. При вимірюванні сипкого матеріалу стандарт потребує десятикратної висоти засипки по відношенню до максимального розміру гранули. У цьому разі можливе утворення конвекційних потоків, що призведуть до асиметричності температурного поля у двох зразках матеріалу.

Таким чином, установки, що реалізують метод пластини, мають ряд недоліків, що ускладнюють їхнє використання при вимірюванні сипких вуглецевих матеріалів в діапазоні температури до 1300 К.

Метод коаксіальних циліндрів набув значного поширення завдяки можливості створення одномірного температурного поля без застосування додаткового бічного нагріву. Для вимірювання вуглецевих порошків при значеннях температури 400–1100 К Лутков А. І. використав установку [22], вимірювальна комірка якої представляє собою простір, утворений коаксіальними циліндрами. Нагрівання матеріалу здійснюють за допомогою центрального нагрівника, що створює значний температурний градієнт у досліджуваному матеріалі та похибку віднесення. Цього недоліку можуть бути позбавлені дослідні установки, що містять додатковий нагрівник на зовнішній коаксіальній трубі (фоновий нагрівник). Варгафтик Н. Б., Смірнова Є. В. [86], Федоров В. І., Мачуєв В. І. [87] і Дешко В. І. [88] запропонували установку, що завдяки своїй конструкції дає змогу вимірювати коефіцієнт теплопровідності газів і рідин у діапазоні температури до 1800 К. Прилад складається з двох співвісних циліндрів – внутрішнього та зовнішнього, які з торців мають охоронні циліндри відповідного діаметра. Охоронні циліндри служать для ліквідації теплових втрат крізь торці. У внутрішньому циліндрі розташований електричний нагрівник, що створює тепловий потік крізь матеріал. Весь пристрій розміщують у термостаті, що представляє собою трубу з корозійностійкої сталі з намотаними на зовнішній поверхні трьома електричними нагрівниками. Коефіцієнт теплопровідності визначають по тепловому потоку крізь досліджувану речовину й різницю температури на поверхнях коаксіальних труб.

Неможливість застосування конструкції вказаного пристрою полягає в тому, що він розрахований на вимірювання коефіцієнта теплопровідності газів

та рідин і не може бути використаний для дослідження сипких матеріалів різного гранулометричного складу. Ця обставина потребує розроблення та створення дослідної установки з урахуванням конструкційних особливостей існуючих пристроїв для можливості проведення вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипких вуглецевих матеріалів.

1.3.4. Методи та установки для визначення ПЕО матеріалів

У сипких вуглецевих матеріалах важливу роль відіграють контакти між частинками. При зменшенні розмірів частинок електропровідність системи значною мірою визначається внеском контактного електричного опору [89]. При застосуванні тієї чи іншої методики вимірювання ПЕО сипкого вуглецевого матеріалу потрібно враховувати розміри частинок, оскільки за великих розмірів частинок і малих розмірів вимірювальної комірки кількість контактів між зернами може бути недостатньою для гарантування достовірності отриманих результатів [22]. Також потрібно враховувати, що кам'яновугільні кокси є гарними теплоізоляторами та їхнє нагрівання може супроводжуватися значними температурними перепадами в об'ємі досліджуваного матеріалу, що приводить до зростання похибки вимірювання. Такі особливості сипкого вуглецевого матеріалу потребують розроблення спеціальних методів вимірювання їхніх властивостей.

Відомі значні напрацювання з методів вимірювання ПЕО матеріалів. Розглянемо принципово найбільш близькі методи для цієї проблеми. Один із способів вимірювання питомого електричного опору описано в ГОСТ 23776–79 [90]. Цей стандарт встановлює методи вимірювань питомого електричного опору графітованих і випалених вуглецевих виробів за температур 5–50 °С. Його сутність полягає у вимірюванні питомого електричного опору пропусканням електричного струму крізь виріб і визначенням на частині його довжини падіння напруги. Недоліком пропонованої стандартом схеми є відсутність можливості вимірювання у високотемпературному діапазоні.

Найбільш близьким по суті є чотиризондовий потенціометричний метод визначення питомого електричного опору сипких вуглецевих матеріалів в інтервалі температури 30–2500 °С [91], у якому досліджуваний матеріал є внутрішнім джерелом теплоти внаслідок проходження крізь нього електричного струму. Вимірювання падіння напруги на робочій ділянці здійснюється за допомогою потенціальних зондів, що встановлюються на робочій ділянці певної довжини. Недоліком запропонованого Лутковим А. І. методу є нерівномірність температурного поля по висоті досліджуваного матеріалу, що збільшує похибку вимірювання питомого електричного опору.

Визначення питомого електричного опору (ρ) полягає в пропусканні крізь підпресований вуглецевий матеріал електричного струму I , вимірюванні падіння напруги U на ділянці фіксованої довжини l з площею поперечного перерізу S і обчисленні ρ за відомою формулою, що впливає із закону Ома

$$\rho = \frac{U S}{I l}. \quad (1.21)$$

Для здійснення вимірювань питомого електричного опору за високої температури в праці [22] пропонують використовувати установку, в якій графітові струмопідводи затискають матеріал у порожньому циліндрі. Циліндр з досліджуваним матеріалом розміщується у вакуумній водоохолоджуваній камері. Досліджуваний матеріал нагрівається пропусканням крізь нього змінного струму. Для забезпечення задовільного контакту між частинками створюється тиск 5 кПа за допомогою вольфрамівих вантажів, встановлених на заплечиках верхнього графітового електроду. Падіння напруги вимірюється на робочій ділянці, для чого в циліндрі з нітриду бора просвердлено радіальні отвори, в які вводяться зонди з піролітичного графіту, що має високу міцність та електропровідність. Недоліком запропонованої Лутковим А. І. установки є значна втрата теплоти крізь бічні стінки порожнього циліндра, що спричинюють значні перепади температури в об'ємі засипки та збільшення похибки вимірювання питомого електричного опору. До недоліків можна також віднести складність конструкції установки з використанням вакуумної водоохолоджуваної камери.

1.4. Висновки до розділу 1

Аналіз сучасного стану проблеми дослідження коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору сипких вуглецевих матеріалів – вогнетривких футерівок і теплоізоляції електродного виробництва дає підстави зробити такі висновки.

1. Вогнетривкі матеріали, застосовувані у вуглеграфітовому виробництві, повинні мати високу термостійкість, оскільки процес графітування відбувається за температури понад 2300 °С. Як теплоізоляція широкого поширення набула багатокомпонентна шихта на основі коксу, піску та деревної тирси. Така теплоізоляційна шихта характеризується не тільки ресурсо- та енергоємністю, а й значним виділенням шкідливих речовин внаслідок піролізу та хімічних реакцій між елементами використовуваної шихти. Заміна багатокомпонентної шихти на однокомпонентну на основі кам'яновугільного коксу раціонального фракційного складу дає змогу зменшити негативні показники виробничого процесу.

2. Розрахунок теплових та електричних полів у печах графітування з внесеними конструкційними змінами із застосуванням відповідних математичних моделей дає змогу заощадити кошти та час. Вдосконалення теплоізоляції в цьому разі потребує відомих значень її коефіцієнта теплопровідності та електропровідності (питомого електричного опору (ПЕО) як обернено пропорційної величини) за конкретних технологічних умов. Відсутність або нестача значень коефіцієнта теплопровідності і ПЕО сипких вуглецевих матеріалів потребує розроблення, створення установок для їх дослідження в широкому температурному діапазоні.

3. Аналіз літературних джерел за методами дослідження теплопровідності показав, що стаціонарний метод коаксіальних циліндрів дає змогу проводити дослідження сипких електропровідних матеріалів у широкому діапазоні температур.

4. Серед описаних у літературі установок, що дають змогу реалізувати метод коаксіальних циліндрів, найбільш близькими по суті є установки, розроблені Варгафтиком Н. Б., Дешком В. І.

5. Визначення питомого електричного опору здійснюють за відомою формулою, що випливає із закону Ома. Найбільш близькою по суті є установка, реалізована Лутковим А. І., яка дає змогу проводити високотемпературне вимірювання завдяки пропусканню крізь досліджуваний матеріал електричного струму.

Таким чином, відсутність значень коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору сипких вуглецевих матеріалів, які є основою рецептури вогнетривких футерівок і високотемпературної теплоізоляції, для конкретних технологічних умов у печах графітування, істотно ускладнює розроблення заходів з підвищення терміну експлуатації пічного обладнання, зменшення ПВЕ та шкідливих викидів у навколишнє середовище підприємств електродної промисловості.

Для розроблення зазначених були сформульовані такі завдання:

1. Виявити вплив матеріального і гранулометричного складу, вологості матеріалу, умов монтажу футерівки й теплоізоляції на такі властивості матеріалів як теплопровідність, електропровідність в інтервалі температур від 300 К до 1300 К. Сформулювати основні вимоги до їх фізичних властивостей.

2. Визначити залежність властивостей (теплопровідність, електропровідність) використовуваних матеріалів від гранулометричного, матеріального складу та тиску.

3. Визначити кореляційні залежності між теплопровідністю та електропровідністю.

4. Розрахувати значення теплопровідності та електропровідності для різних складів футерівки та ізоляції.

5. На підставі методу дискретного елемента виконати числовий аналіз фізичних властивостей сипкого матеріалу: ефективних значень коефіцієнтів тепло- та електропровідності та провести порівняння з експериментальними даними. Розробити рекомендації щодо застосування числових методів для дослідження фізичних властивостей сипких матеріалів.

6. Розрахувати тепловий стан печей з використанням отриманих результатів.

7. Розробити остаточний склад матеріалів для футерування і теплоізолювання печей електродного виробництва. Проаналізувати вплив розроблених матеріалів на викиди оксиду вуглецю, якість електродної продукції, продуктивність і ПВЕ графітувальних печей.

8. Експериментально перевірити нові розробки з футерувальних та теплоізоляційних сипких матеріалів в умовах промислового виробництва.

2. МЕТОДИКИ ТА УСТАНОВКИ ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ ТА ПИТОМОГО ЕЛЕКТРИЧНОГО ОПОРУ ВОГНЕТРИВКИХ І ТЕПЛОІЗОЛЯЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ

2.1. Методика вимірювання коефіцієнта теплопровідності

Для вимірювання коефіцієнта теплопровідності за основу взято стаціонарний метод циліндричного шару, розрахункова формула якого базується на законі Фур'є [92, 93]

$$\lambda = \frac{q_l \ln(d_2/d_1)}{\Delta t \cdot 2\pi}, \quad (2.1)$$

де λ – коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К); Δt – різниця температури, спричинена включенням центрального нагрівника, К; d_2, d_1 – зовнішній і внутрішній діаметри шару досліджуваного матеріалу, відповідно, м; q_l – лінійна густина теплового потоку, Вт/м.

Лінійну густина теплового потоку визначаємо за формулою

$$q_l = \frac{UI}{l}, \quad (2.2)$$

де U – різниця електричних потенціалів на центральному нагрівнику, В; I – електричний струм, що проходить крізь центральний нагрівник, А; l – довжина ізотермічної ділянки нагрівника, м.

Температурні рівні вимірювання забезпечуємо фоновими нагрівниками при вимкненому центральному нагрівнику, в результаті чого виникає різниця температури на внутрішній і зовнішній поверхнях досліджуваного матеріалу, яка за високої температури становить кілька градусів. Це вносить додаткову похибку вимірювань. Для виключення цієї складової систематичної похибки було розроблено методику, яка заснована на принципі суперпозиції температурних полів, що враховує температурний перепад, створюваний як центральним, так і фоновим нагрівниками.

Розроблену методику [94] можна пояснити графіком змінення температури поверхонь дослідного зразка з часом з двома етапами нагрівання (рис. 2.1). Перший етап нагрівання супроводжується включенням фонового нагрівника, після чого на поверхнях зразка встановлюється стаціонарний температурний режим, що характеризується незмінною в часі температурою внутрішньої та зовнішньої границі шару досліджуваного матеріалу – t_1^I і t_2^I , відповідно. Після цього включають центральний нагрівник, який створює стаціонарне температурне поле на поверхнях зразка з температурою t_1^{II} , t_2^{II} і реалізує другий етап – вимірювання коефіцієнта теплопровідності.

Різниця температури з урахуванням принципу суперпозиції стаціонарних температурних полів у дослідному зразку до і після включення центрального нагрівника матиме вигляд

$$\Delta t = (t_1^{\text{II}} - t_1^{\text{I}}) - (t_2^{\text{II}} - t_2^{\text{I}}), \quad (2.3)$$

де t_1^{I} і t_2^{I} – стаціонарна температура внутрішньої і зовнішньої поверхонь шару матеріалу при включеному фоновому нагрівнику, °С; t_1^{II} і t_2^{II} – стаціонарна температура тих самих поверхонь, після включення центрального нагрівника, °С.

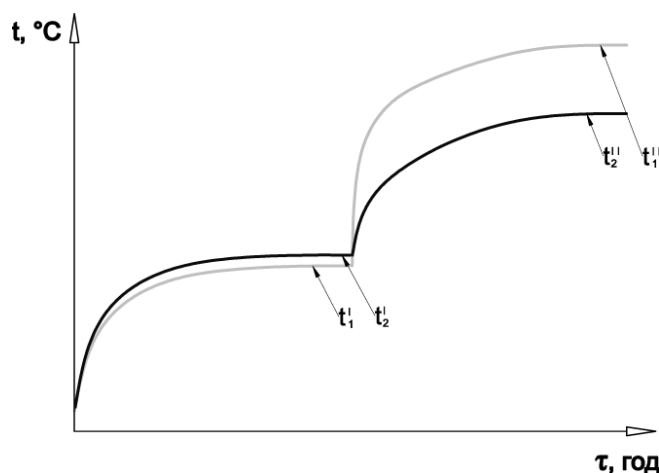


Рис. 2.1. Температурні поля при вимірюванні методом, що заснований на принципі суперпозиції температурних полів

Також потрібно відмітити значну перевагу застосування принципу суперпозиції температурних полів, яка дає змогу уникнути впливу систематичної похибки показів термопар, оскільки вирішальними є різниці температурних перепадів до і після включення центрального нагрівника. Систематичне відхилення показів термопари доводить числовий розрахунок температури на поверхнях плоскої стінки з двома етапами нагрівання (рис. 2.2).

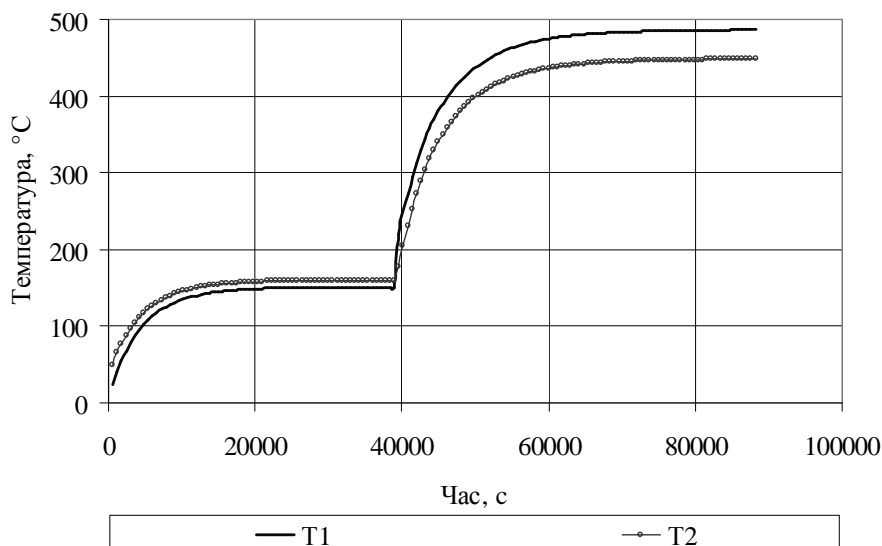


Рис. 2.2. Змінення температури на поверхнях досліджуваного матеріалу при розв'язанні задачі теплопровідності

Похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності без врахування суперпозиції температурних полів (без врахування перепаду температури, створюваного фоновим нагрівником) становить майже 22 %, тоді як із врахуванням – лише близько 1 %.

2.2. Фізична і математична моделі та числовий аналіз температурних полів розроблюваної установки

Літературний огляд стану дослідження коефіцієнта теплопровідності сипких вуглецевих матеріалів показав відсутність необхідних даних та установки, що дала б змогу дослідити закономірності коефіцієнта теплопровідності кам'яновугільного коксу за умови різних фракцій, температури та тиску. Розроблювана дослідна установка для вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипких вуглецевих матеріалів мала відповідати таким технічним характеристикам:

- робочий діапазон температури від 300 К до 1300 К;
- діапазон вимірюваного коефіцієнта теплопровідності 0,3–3 Вт/(м·К);
- максимальний розмір фракцій – 15 мм;
- повна (сумарна) відносна похибка результатів вимірювання коефіцієнта теплопровідності – не більше 16 %.

Сучасні можливості науки й техніки дають змогу обґрунтувати доцільність і роботоздатність розроблюваної методики та установки разом зі зменшенням матеріальних і часових витрат на етапах її створення та налагодження. Це стало можливим завдяки використанню математичного моделювання температурних полів на фізичній моделі дослідної установки. Отримана числова модель дає змогу відпрацювати конструкційні елементи розроблюваної установки та систему автоматики з наступною оцінкою систематичної похибки вимірювання коефіцієнта теплопровідності. Налагоджувальні досліді на шамотному, кварцовому та сипкому вуглецевому зразках дають змогу визначити повну похибку вимірювання коефіцієнта теплопровідності розробленою установкою. Планування експерименту дає змогу оптимізувати процес вимірювання за кількістю вимірюваних точок, достатніх для опису характеру залежності коефіцієнта теплопровідності.

Розроблювана дослідна установка мала забезпечити необхідне температурне поле в зоні вимірювання, конструкцію якої можна апріорно відпрацювати за допомогою математичного моделювання. Математичному моделюванню передують побудова фізичної моделі, що містила ініціалізацію властивостей конструкційних елементів і граничних умов. Фізична модель може бути наділена лише необхідними властивостями реальної конструкції для розв'язання конкретної задачі [95].

Для розроблення математичної моделі установки за основу взято загальну конструкційну компоновку установки В. І. Дешко, що ґрунтується на методі коаксіальних циліндрів. Особливістю установки В. І. Дешко є габарити вимірювальної комірки, яка розрахована на вимірювання коефіцієнта теплопровідності розплавів солей і потребує її збільшення для дослідження сипких вуглецевих матеріалів гранулометричним складом до 15 мм. В основу розроблюваної конструкції дослідної установки покладена циліндрична форма вимірювальної комірки, що утворена коаксіально розміщеними керамічними трубами, у міжтрубному просторі яких має розміщуватися досліджуваний матеріал. Габаритні розміри розроблюваної установки прийнято відповідно до

умов експлуатації та на основі відомого з літератури [86] співвідношення висоти та діаметра вимірювальної комірки $h/d > 4$. У центральній та на зовнішній трубі встановлено нагрівники, причому центральний застосовується для створення температурного перепаду в досліджуваному матеріалі, а зовнішній (внутрішній фоновий нагрівник) – для проведення вимірювань на заданому температурному рівні. Для компенсації теплових втрат у радіальному напрямку та вирівнювання температури по висоті вимірювальної комірки концентрично до зовнішньої труби вимірювальної комірки розміщено додаткову трубу з нагрівником (зовнішній фоновий нагрівник) та теплоізоляцією, а в осьовому напрямку – торцева теплоізоляція. На етапі розроблення дослідної установки велика увага приділена температурному полю у вимірювальній комірці, що має відповідати одномірному розподілу температури по товщині циліндричного шару.

Для отримання температурного поля в розроблюваній установці потрібно розв'язати теплоелектричну задачу, яка описується системою диференціальних рівнянь у частинних похідних із врахуванням контактної взаємодії між елементами конструкції [96, 97]:

$$\begin{cases} \nabla \cdot [\chi_i(t) \nabla U(X)] = 0; \\ \frac{\partial H}{\partial \tau} = \nabla \cdot [\lambda_i(t) \nabla t(X)] + \chi_i(t) |\nabla U|^2, \end{cases} \quad (2.4)$$

де $\nabla = \left(\frac{\partial}{\partial x}, \frac{\partial}{\partial y}, \frac{\partial}{\partial z} \right)$ – оператор Гамільтона, m^{-1} ; χ – електропровідність, $(\text{Om} \cdot m)^{-1}$; t – температура, $^{\circ}\text{C}$; U – електричний потенціал, В; $X(x, y, z) \in R^3$ – декартові координати, м; $H = \int_{T_0}^T \rho(T) c_p(T) dT$ – об'ємна ентальпія, Дж/($m^3 \cdot K$); c_p – масова ізобарна теплоємність, Дж/(кг·K); ρ – густина, кг/ m^3 ; T_0 – температура відліку, K; τ – час, с; λ – коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·K); $i = \overline{1, M}$ – індекс елемента конструкції; M – кількість елементів конструкції.

Початкові умови

$$t|_{\tau=0} = t(X). \quad (2.5)$$

Граничні умови (ГУ) для квазістаціонарного рівняння електропровідності (рис. 2.3):

$$\begin{cases} U = 0; \\ \mathbf{n} \cdot (-\chi(t) \nabla U) = j_n, \end{cases} \quad (2.6)$$

де \mathbf{n} – вектор зовнішньої нормалі до граничної поверхні тіла; j_n – нормальна густина електричного струму, А/ m^2 ;

– на границях контакту між елементами конструкції

$$\begin{cases} \{U\} = \mathbf{n} \cdot (r_e \mathbf{j}); \\ \{\mathbf{n} \cdot \mathbf{j}\} = 0, \end{cases} \quad (2.7)$$

де $\{U\} = U^+ - U^-$; $\{\mathbf{n} \cdot \mathbf{j}\} = \mathbf{n}^+ \cdot \mathbf{j}^+ - \mathbf{n}^- \cdot \mathbf{j}^-$; r_e – контактний електричний опір, Ом·м²;
– на інших поверхнях

$$\mathbf{n} \cdot \nabla U = 0. \quad (2.8)$$

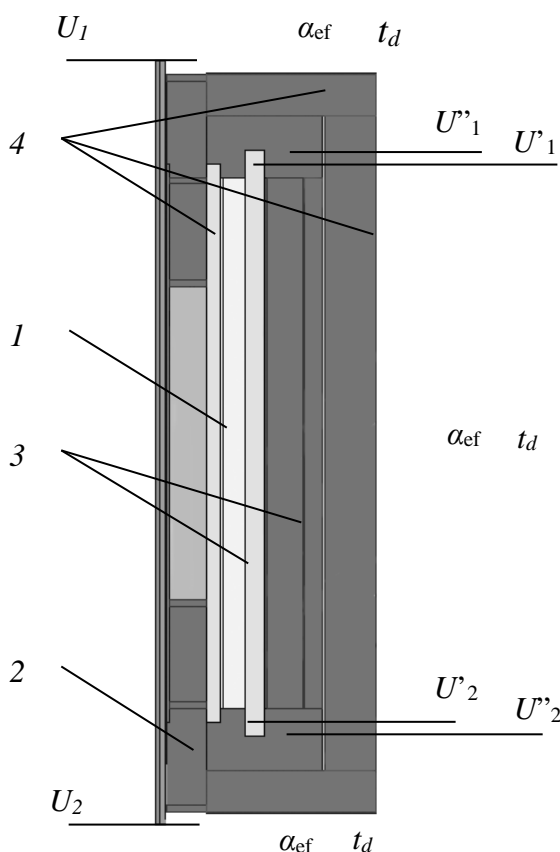


Рис. 2.3. Граничні умови на вісесиметричній моделі установки: 1 – досліджуваний матеріал; 2 – центральний нагрівник; 3 – фонові нагрівники; 4 – теплоізоляція

ГУ (див. рис. 2.3) для нестационарного рівняння теплопровідності:
– на зовнішніх границях контакту з довкіллям

$$\mathbf{n} \cdot (-\lambda(t)\nabla t) = \alpha_{ef}(t)(t - t_d), \quad (2.9)$$

де α_{ef} – коефіцієнт ефективної тепловіддачі, Вт/(м²·К); t_d – температура навколишнього середовища, °С;
– на осях симетрії

$$\mathbf{n} \cdot \nabla t = 0; \quad (2.10)$$

– на границях контакту між елементами конструкції

$$\begin{cases} \{t\} = \mathbf{n} \cdot (r_\lambda \mathbf{q}); \\ \{\mathbf{n} \cdot \mathbf{q}\} = 0, \end{cases} \quad (2.11)$$

де $\mathbf{q} = -\lambda(t)\nabla t$ – вектор густини теплового потоку, Вт/м²; r_λ – контактний термічний опір, (м²·К)/Вт.

Фізична модель в загальному вигляді є циліндричною багатошаровою стінкою, тому для зменшення затрат комп'ютерних ресурсів можна обмежитись задачею у вісесиметричній постановці [98] (див. рис. 2.3).

При розв'язанні зв'язаної нелінійної теплоелектричної задачі з врахуванням термоелектричних ефектів [99] система дискретних рівнянь методу скінчених елементів (МСЕ) [100, 101] набуває вигляду [102]:

$$\begin{bmatrix} [c^{(e)}] & [0] \\ [0] & [0] \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \{\dot{H}(\hat{T})\} \\ \{\dot{U}\} \end{Bmatrix} + \begin{bmatrix} [k_\lambda^{(e)}] + [k_\alpha^{(e)}] \alpha(\hat{T}) & [0] \\ [k_{UP}^{(e)}(\hat{T})] & [k_U^{(e)}(\hat{T})] \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \{\hat{T}\} \\ \{U\} \end{Bmatrix} = - \begin{Bmatrix} \{f\} + \{f^P\} \\ \{0\} \end{Bmatrix}, \quad (2.12)$$

де $\dot{H}(\hat{T})$ – похідна за часом від ентальпії, Дж/(м³·с); \dot{U} – похідна за часом від електричного потенціалу, В/с; $[k_\lambda^{(e)}] = \int_V [B]^T [\lambda(\hat{T})] [B] dV$ – матриця коефіцієнта

теплопровідності елемента; $[\lambda(\hat{T})] = \begin{bmatrix} \lambda_{xx}(\hat{T}) & 0 & 0 \\ 0 & \lambda_{yy}(\hat{T}) & 0 \\ 0 & 0 & \lambda_{zz}(\hat{T}) \end{bmatrix}$ – матриця

коефіцієнта теплопровідності ізотропного матеріалу, Вт/(м·К);

$[k_{UP}^{(e)}(\hat{T})] = \int_V [B]^T [\chi(\hat{T})] [\zeta(\hat{T})] [B] dV$ – матриця коефіцієнтів Зеебека елемента;

$[k_U^{(e)}(\hat{T})] = \int_V [B]^T [\chi(\hat{T})] [B] dV$ – матриця електропровідності елемента;

$[\chi(\hat{T})] = \begin{bmatrix} \chi_{xx}(\hat{T}) & 0 & 0 \\ 0 & \chi_{yy}(\hat{T}) & 0 \\ 0 & 0 & \chi_{zz}(\hat{T}) \end{bmatrix}$ – матриця електропровідності для

анізотропного матеріалу, (Ом·м)⁻¹;

$[\zeta(\hat{T})] = \begin{bmatrix} \zeta_{xx}(\hat{T}) & 0 & 0 \\ 0 & \zeta_{yy}(\hat{T}) & 0 \\ 0 & 0 & \zeta_{zz}(\hat{T}) \end{bmatrix}$ – матриця коефіцієнтів Зеебека [99]

матеріалу, В/К;

$\{f^P\} = \int_V [B]^T [\hat{T} \cdot \zeta(\hat{T})] \{j\} dV$ – вектор теплового навантаження елемента, пов'язаний із ефектом Пельтьє [99]; $\{j\}$ – вектор густини електричного струму, А/м²;

$$\{f\} = - \int_V [\chi(\hat{T})] \{ \nabla U \} \{ \nabla U \} \{ N \}^T dV - T_d \int_{S1} \alpha(\hat{T}) \{ N^{(e)} \}^T dS + \int_{S2} q^{(e)} \{ N \}^T dS \quad - \quad \text{вектор}$$

вільних членів рівняння теплопровідності, пов'язаний із джерелом теплоти та ГУ 2-го й 3-го родів, у якому $[\chi(\hat{T})] \{ \nabla U \} \{ \nabla U \} = q_v^{(e)}$ – густина внутрішнього джерела теплоти в елементі, спричинена проходженням електричного струму (закон Джоуля–Ленца [99]), Вт/м³; $\{ \nabla U \} = [B] \{ U \}$ – градієнт або напруженість електричного поля, В/м.

Для розв'язання нелінійної системи дискретних рівнянь (2.9) застосовується метод Ньютона [97]. За відсутності термоелектричних ефектів $[k_{UP}^{(e)}(\hat{T})] = [0]$, $\{f^P\} = \{0\}$ система (2.9) спрощується до виду [97, 99]:

$$\begin{bmatrix} [c^{(e)}] & [0] \\ [0] & [0] \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \{ \dot{H}(\hat{T}) \} \\ \{ \dot{U} \} \end{Bmatrix} + \begin{bmatrix} [k_\lambda^{(e)}] + [k_\alpha^{(e)}] \alpha(\hat{T}) & [0] \\ [0] & [k_U^{(e)}(\hat{T})] \end{bmatrix} \begin{Bmatrix} \{ \hat{T} \} \\ \{ U \} \end{Bmatrix} = - \begin{Bmatrix} \{ f \} \\ \{ 0 \} \end{Bmatrix}. \quad (2.13)$$

З використанням програмного коду, розробленого в НДЦ «РТ», побудовано вісесиметричну теплоелектричну модель розроблюваної установки та проведено розрахунки фізичних полів, що дало змогу визначити умови, при яких досягається одномірність температурного поля у вимірювальній комірці установки. Розглянемо основні чинники, що визначають температурне поле в дослідній установці: коефіцієнт теплопровідності досліджуваного матеріалу, висота засипки, коефіцієнт теплопровідності та товщина теплоізоляції.

Для реалізації задачі вимірювання коефіцієнта теплопровідності в циліндричній стінці необхідна умова ізотермічності внутрішньої та зовнішньої поверхонь. Оскільки ізотермічна поверхня можлива лише в разі нескінченної циліндричної стінки, то наявність перепаду по висоті вноситиме похибку вимірювання, яку потрібно враховувати як систематичну методичну похибку. Вирішальний вплив на розподіл температури на ізотермічній ділянці має загальна висота засипки досліджуваного матеріалу та товщина торцевої теплоізоляції.

При виборі теплоізоляційного матеріалу враховувалася його вогнетривкість (можливість застосування до 1000 °С) та низька теплопровідність. Найбільш поширеними й доступними теплоізоляційними матеріалами є плити з силікату кальцію та мулітокремнеземиста (МКР) плита і вата. Потрібно зазначити, що плита із силікату кальцію та МКР плита мають коефіцієнт теплопровідності одного порядку, легкі в обробленні й відрізняються лише хімічним складом. Незважаючи на нижчий коефіцієнт теплопровідності порівняно з МКР плитою, силікат кальцію можна застосовувати лише до 1000 °С, тому його було використано лише для теплоізоляції торців корпусу установки.

Основним теплоізоляційним матеріалом у зоні високої температури є МКР плита й вата. Коефіцієнт теплопровідності торцевої теплоізоляції вимірювальної комірки приймається відповідно до конкретних температурних залежностей коефіцієнтів теплопровідності МКР пробки та прошарками з МКР вати. Таким чином, основною задачею забезпечення ізотермічної ділянки вимірювання є пошук

оптимальної висоти засипки, для чого скористаємося трирівневим повнофакторним плануванням експерименту з двома факторами [103]. Для встановлення функції оптимуму необхідно провести дев'ять дослідів на математичній моделі з різними комбінаціями рівнів факторів (висоти засипки та коефіцієнта теплопровідності досліджуваного матеріалу). У табл. 2.1 наведено умови експерименту, що містять інформацію про рівні та інтервали варіювання факторів.

Таблиця 2.1. Умови планування експерименту

| Рівень фактора | h , мм | λ , Вт/(м·К) |
|----------------------------------|----------|----------------------|
| Основний $x_i = 0$ | 300 | 3 |
| Інтервал варіювання Δx_i | 200 | 2 |
| Нижній $x_i = -1$ | 100 | 1 |
| Верхній $x_i = +1$ | 500 | 5 |
| Кодові позначення | X_1 | X_2 |

У результаті проведення планування та розрахунку за допомогою числової моделі установки отримано залежність середньоінтегрального перепаду температури між центром та периферією вимірювальної ділянки (рис. 2.4).

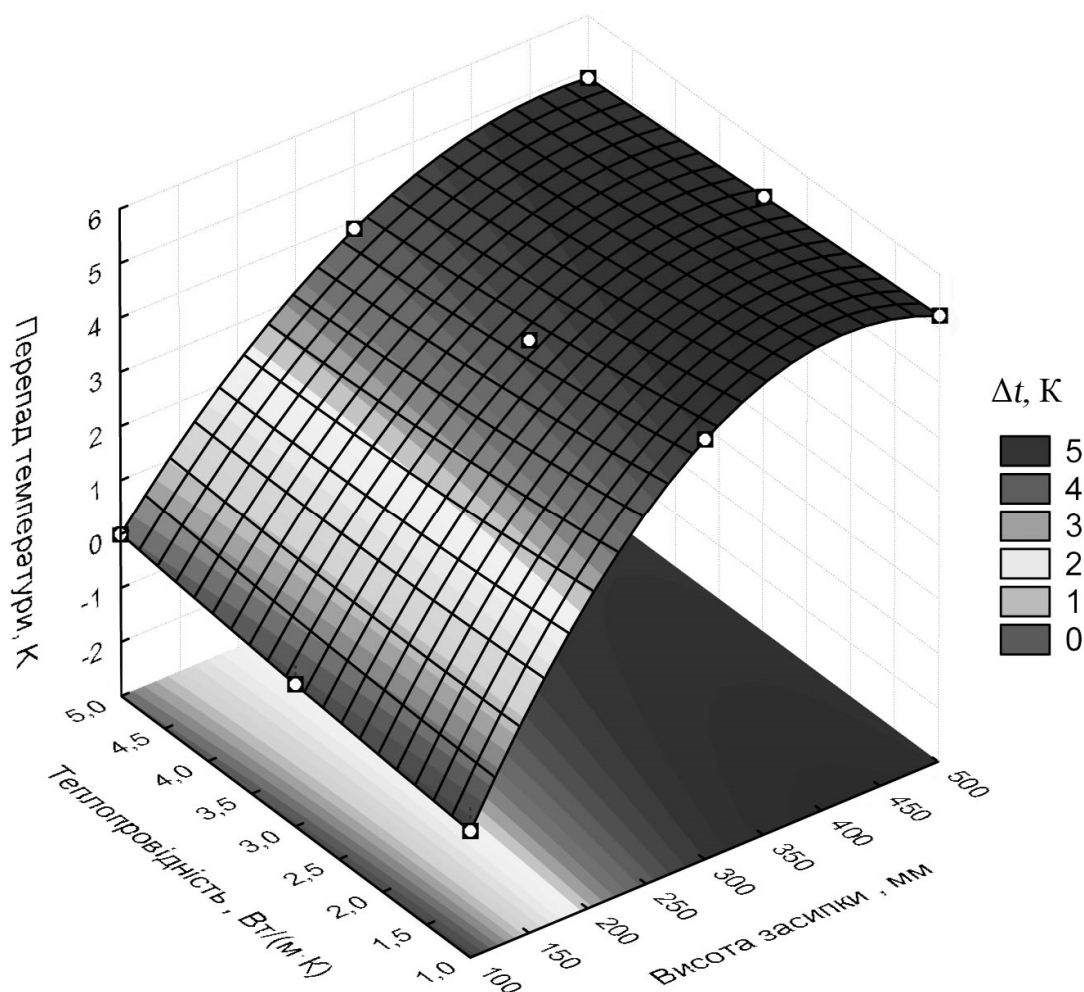


Рис. 2.4. Графік залежності перепаду температури по висоті вимірювальної ділянки від коефіцієнта теплопровідності та висоти засипки досліджуваного матеріалу

Як видно з рис. 2.4 перепад температури на ділянці заввишки 100 мм майже не залежить від коефіцієнта теплопровідності матеріалу в розглянутому діапазоні 1–5 Вт/(м·К), а визначається передусім висотою засипки матеріалу. Розглядалася максимальна висота засипки 500 мм (на торцях по 20 мм теплоізоляції), мінімальна – 100 мм (на торцях по 220 мм теплоізоляції). При збільшенні висоти засипки матеріалу до 500 мм перепад температури на вимірювальній ділянці збільшується до 5,5 К. Таким чином, при висоті засипки матеріалу 230 мм посередині вимірювальної комірки заввишки 100 мм перепад температури в осьовому напрямку не перевищує 4,3 °С, що відповідає відносній систематичній похибці вимірювання коефіцієнта теплопровідності не більше 2 %. Зменшення температурного перепаду по висоті вимірювальної ділянки можна досягти її обмеження теплоізоляційними прошарками з МКР вати завтовшки 5 мм (рис. 2.5).

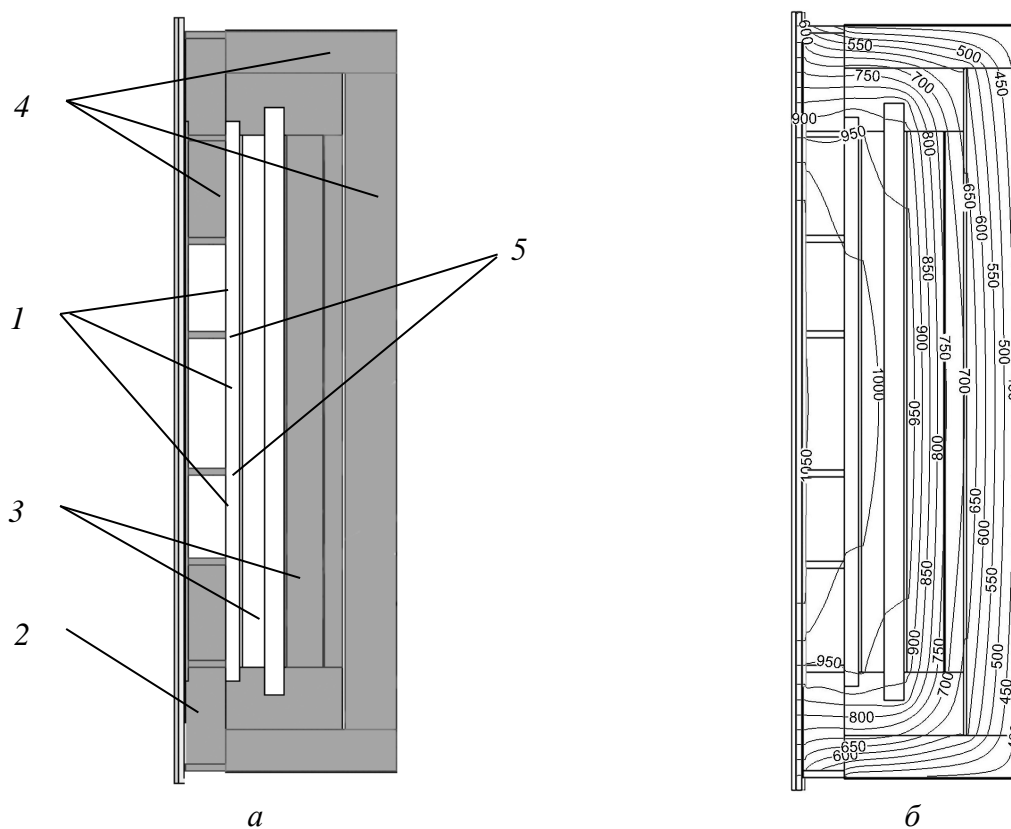


Рис. 2.5. Геометрична модель з теплоізоляційними прошарками (а) та результати розрахунків температурного поля (К) у вимірювальній комірці (б):
 1 – досліджуваний матеріал; 2 – центральний нагрівник; 3 – фонові нагрівники;
 4 – теплоізоляція; 5 – теплоізоляційні прошарки

Результати моделювання показали зменшення різниці температури між центром та периферією вимірювальної ділянки майже на 1,5 К. Найнижча температура на поверхні установки перебуває в межах 96–97 °С, що відповідно до вимог охорони праці в подальшому потребує застосування захисного кожуха.

2.3. Конструкція установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності

Результати розрахунків температурних полів в установці за допомогою числової моделі довели її роботоздатність для досліджуваного діапазону значень коефіцієнта теплопровідності матеріалу при високотемпературних вимірюваннях.

Розглянута дослідна установка складається з циліндричної печі та підставки. Для полегшення сервісного обслуговування установки піч змонтовано на горизонтальній осі з можливістю її повороту на 90° . Металоконструкції установки виготовлено з конструкційної сталі (підставка), корозійностійкої сталі (піч), і жароміцної сталі (тепловий екран у печі). Корпус печі виконано з двох кожухів (рис. 2.6): зовнішнього, що представлений обичайкою 1 і кришкою 2, а також внутрішнього, що складається з обичайки 3, кришки 4 і денця 5. Зовнішній кожух виконує функцію теплового захисту користувача установки від впливу високої температури згідно з вимогами охорони праці. Внутрішній кожух забезпечує механічну міцність установки. Фотознімки корпусу установки із установленими нагрівниками та теплоізоляцією наведено на рис. 2.7. Вся конструкція підвищується за допомогою кріпильних опор 6 на підставці.

Як видно із повздовжнього розрізу установки вимірювальна комірка 7 представляє собою міжтрубний простір концентричних мулітокремнеземистих труб (чохол 8 центрального нагрівника 9 і каркас внутрішнього фонового нагрівника 10). Розмір кільцевого зазору становить $(26,5 \pm 0,5)$ мм. Зверху та знизу вимірювальна комірка заввишки (230 ± 5) мм обмежена теплоізоляційними пробками 11 із мулітокремнеземистої плити густиною 450 кг/м^3 та прокладкою з мулітокремнеземистої вати.

Як центральний нагрівник було використано карбідкремнієвий нагрівник 9 КЭН СП 14/200/250, торці якого виступають за межі установки для подачі на них електроживлення. Електричний опір нагрівника 2 Ом, робоча температура – $1450\text{--}1500^\circ\text{C}$. Нагрівник встановлюється всередині мулітокремнеземистої трубки 8 з добавкою цирконію, що збільшує експлуатаційні характеристики матеріалу за високої температури. Центрування нагрівника здійснюється теплоізоляційними пробками з МКР 11, що обмежують зону засипки зверху та знизу.

Фонові нагрівники розміщені концентрично до вимірювальної комірки і представляють собою мулітокремнеземисті труби, на які навито фехралевий дріт діаметром 2 мм. Внутрішній фоновий 10 нагрівник установлений на керамічній трубі $\varnothing 94 \times 10$ мм, що разом із чохлам центрального нагрівника утворюють міжтрубний простір для здійснення засипки досліджуваного матеріалу. Зовнішній фоновий нагрівник 12 з трубою $\varnothing 160 \times 15$ мм виконаний з більш щільною навивкою фехралевого дроту на периферійних ділянках з метою створення більш одномірного температурного поля по висоті.

Для зменшення теплових втрат у радіальному напрямку на зовнішній стороні зовнішнього фонового нагрівника додатково розміщена мулітокремнеземиста вата 13, яка оточена тепловим екраном 14 з жароміцної сталі. Конструкцію з нагрівників 10, 12 і теплового екрану 14 затискують зверху та знизу торцевими плитами 15 мулітокремнеземистого вогнетриву з фасонними кільцевими заглибленнями. У простір між тепловим екраном та

обичайкою внутрішнього кожуха встановлена мулітокремнеземиста теплоізоляційна ковдра 16. Як торцеву теплоізоляцію застосовано силікат кальцію 17, що має низьке значення теплопровідності з робочим діапазоном температури до 1000 °С.

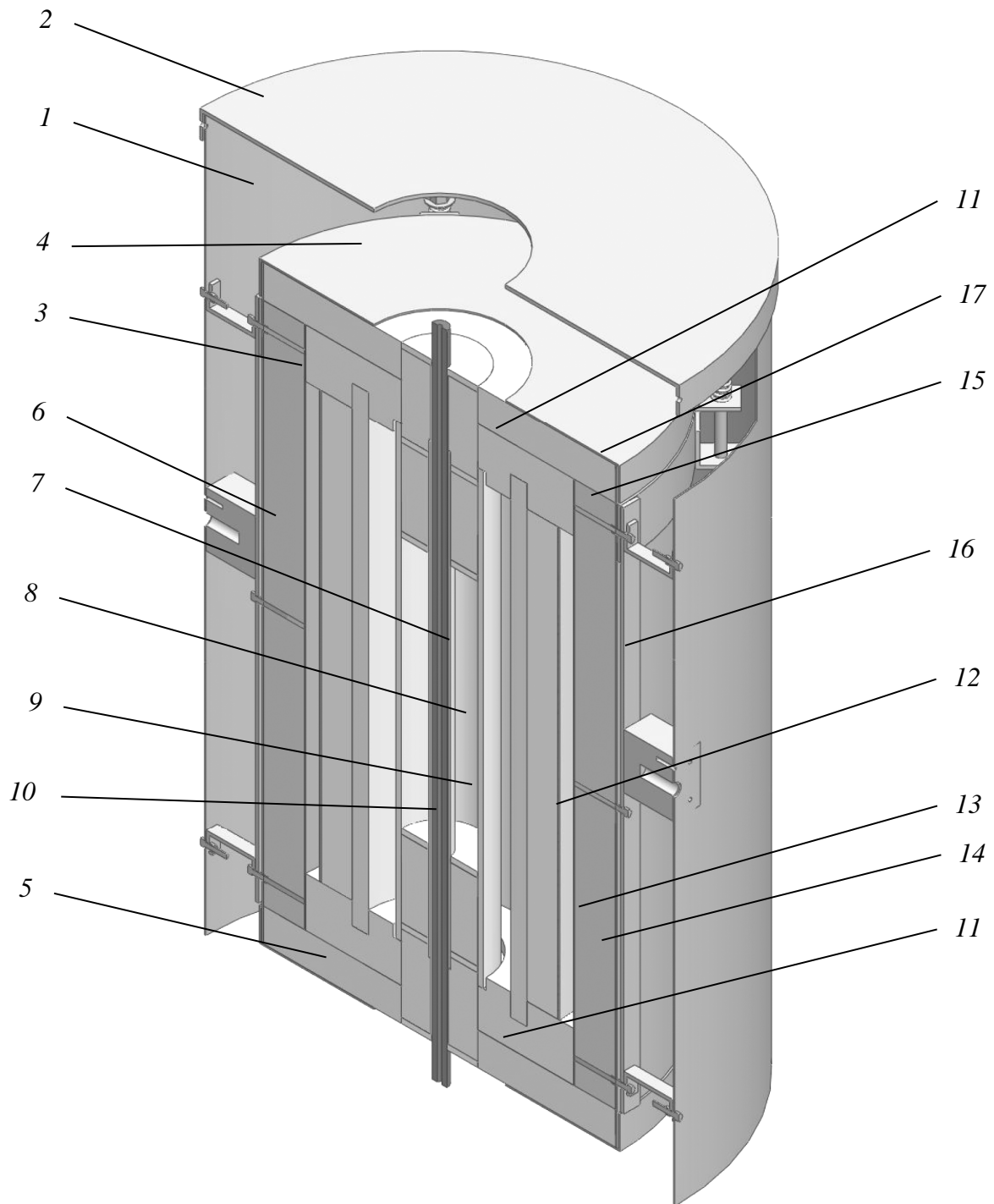


Рис. 2.6. Поздовжній розріз установки: 1 – обичайка зовнішнього кожуха; 2 – кришка зовнішнього кожуха; 3 – обичайка внутрішнього кожуха; 4 – кришка внутрішнього кожуха; 5 – денце внутрішнього кожуха; 6 – кріпильна опора; 7 – вимірювальна комірка; 8 – чохол центрального нагрівника; 9 – центральний нагрівник; 10 – каркас внутрішнього фонового нагрівника; 11 – теплоізоляційні пробки; 12 – зовнішній фоновий нагрівник; 13 – вогнетривка вата; 14 – тепловий екран; 15 – торцеві плити; 16 – теплоізоляційна ковдра; 17 – силікат кальцієва торцева теплоізоляція

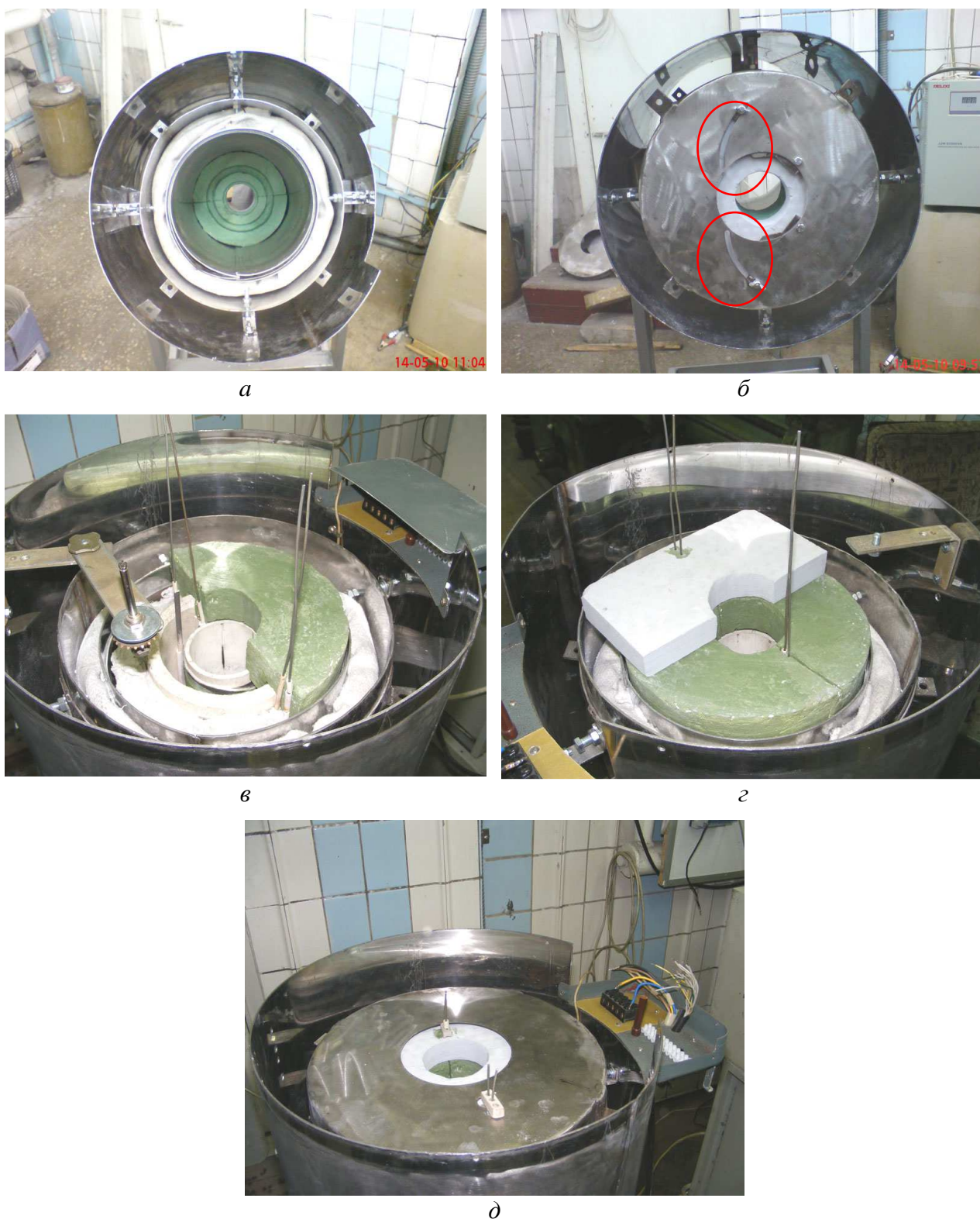


Рис. 2.7. Фотознімки корпусу установки з установленими нагрівниками та теплоізоляцією: *а* – денце внутрішнього кожуха з підтримувальними пластинами; *б* – внутрішній та зовнішній кожух з теплоізоляційною ковдрою та тепловим екраном; *в* – фонові нагрівники та фасонна плита; *г* – верхня торцева теплоізоляція; *д* – загальний вигляд зверху

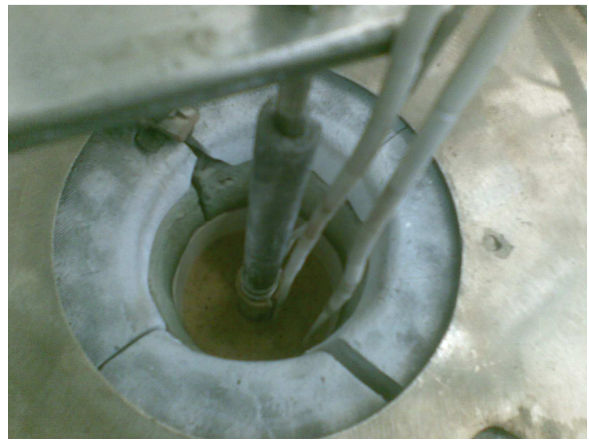
Фонові нагрівники та теплоізоляція зверху та знизу затиснені кришкою 4 і денцем 5, що кріпляться на обичайці 3 внутрішнього кожуха. Таким чином, експериментальна установка представляє собою піч з

наскрізним отвором, що проходить по осі установки та є зовнішньою поверхнею вимірювальної комірки 7 з боку внутрішнього фонового нагрівника 10. Для заповнення вимірювальної комірки 7 досліджуваним матеріалом центральний нагрівник 8 у чохлі 9 разом з нижніми теплоізоляційними пробками 11 встановлюється в наскрізний отвір і розміщується на підтримуючих пластинах (див. рис. 2.7,*a*), установлених на денці 5 обичайки 3 внутрішнього кожуха.

Температуру вимірюють за допомогою хромель-алюмелевих термопар, розміщених у двоканальних мулітокремнеземистих соломках із запаєними кінцями (рис. 2.8,*a*). Чохли термопар прикріплюються до чохла центрального нагрівника за допомогою хомутів з жароміцного дроту і на трубі фонового нагрівника за допомогою високотемпературного клею таким чином, щоб спай знаходився посередині вимірювальної комірки (рис. 2.8,*б*). Трамбування досліджуваного матеріалу здійснюється за допомогою інструменту (рис. 2.9).



a



б

Рис. 2.8. Фотознімки змонтованих термопар (*a*) та вимірювальної комірки (*б*)



Рис. 2.9. Інструмент для трамбування досліджуваного сипкого матеріалу

2.4. Методика проведення експерименту та оброблення експериментальних даних

Принципову схему установка для вимірювання коефіцієнта теплопровідності наведено на рис. 2.10. Установку можна умовно поділити на три частини: вимірювальний блок, силовий блок, а також блок збору та обробки даних.

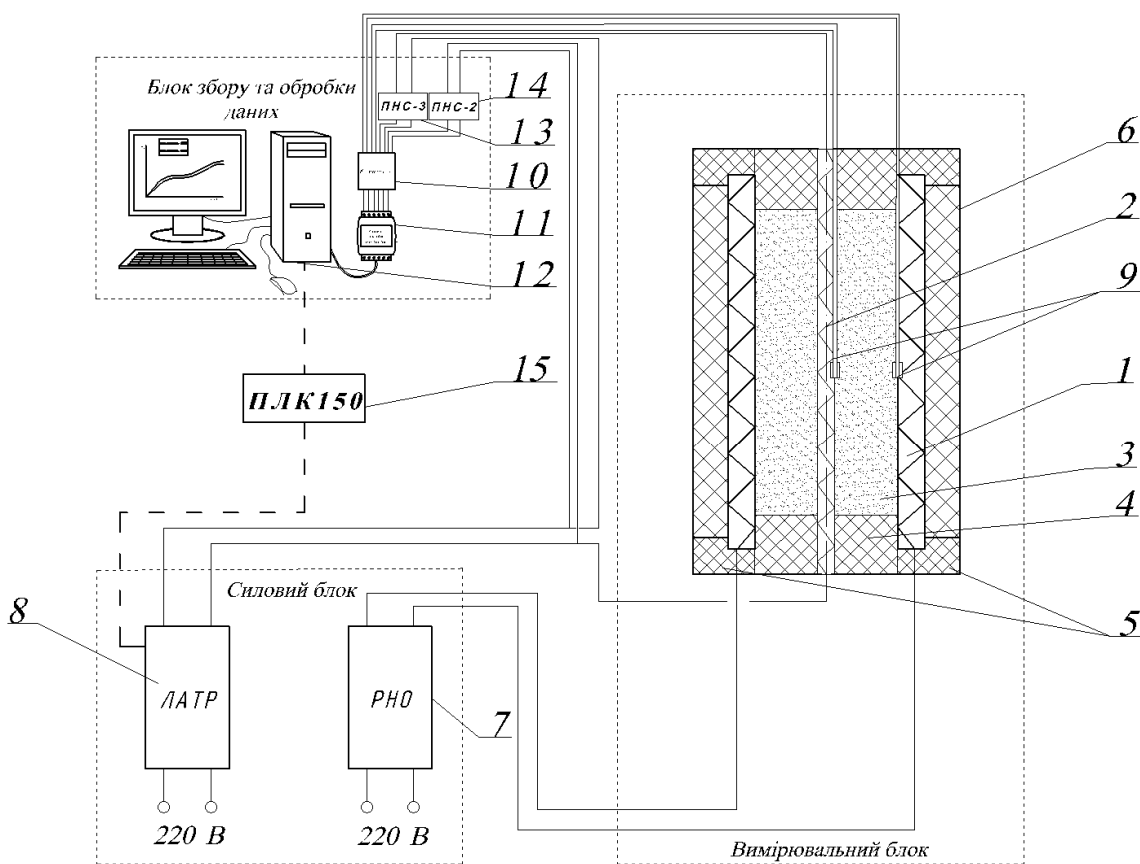


Рис. 2.10. Блок-схема установки для визначення коефіцієнта теплопровідності:
 1 – фоновий нагрівник; 2 – центральний нагрівник; 3 – досліджуваній матеріал;
 4 – мулітокремнеземисті пробки; 5 – мулітокремнеземисті фасонні плити;
 6 – вогнетривка вата; 7 – регулятор напруги для фонового нагрівника;
 8 – регулятор напруги для центрального нагрівника; 9 – термопарі;
 10 – комутуючий пристрій; 11 – аналого-цифровий перетворювач;
 12 – блок обробки і реєстрації даних (ПК); 13 – перетворювач напруги;
 14 – перетворювач струму; 15 – програмований контролер

Вимірювальний блок представляє собою конструкцію з нагрівального вузла та теплоізоляції [104]. Нагрівальний вузол складається з фонового нагрівника 1, виготовленого зі спіралі високого електричного опору, і центрального карбідкремнієвого нагрівника 2, які розміщено концентрично та утворюють кільцевий проміжок, у якому розташовують зразок досліджуваного матеріалу 3.

Зазначений зразок має співвідношення висоти до зовнішнього діаметра не менше 3:1. На торцях дослідного зразка встановлено мулітокремнеземисті пробки 4 з осьовими отворами для центрального нагрівника, які щільно

закривають вимірювальну комірку, знижуючи нерівномірність температурного поля по її висоті. Мулітокремнеземисті пробки 4 і фасонні плити 5, які затискують фоновий нагрівник 1 з торців, служать для зменшення теплових втрат в осьовому напрямку, а теплоізоляційний шар вогнетривкої вати 6, розташований із зовнішнього боку фонового нагрівника 1, – для зменшення теплових втрат у радіальному напрямку.

Досягнення необхідного температурного режиму здійснюється за допомогою фонового 1 і центрального 2 нагрівників. Регулювання потужності нагрівників виконується силовим блоком, що включає регулятори напруги 7 і 8 для живлення відповідно фонового 1 та центрального 2 нагрівників. Сигнали з хромель-алюмелевих термопар 9, розміщених всередині вимірювальної комірки, надходять на блок збору та обробки даних, що складається з комутуючого пристрою 10, аналого-цифрового перетворювача 11 і блоку обробки і реєстрації даних (ПК) 12 [105]. Вимірювання струму та напруги здійснюється за допомогою перетворювачів 13 та 14. Підтримування постійної потужності на центральному нагрівнику 2 забезпечується регулятором 8 за допомогою програмованого контролера 15.

Температурні рівні вимірювань встановлюються за допомогою фонового нагрівника через регулятор напруги 7, при цьому орієнтовне співвідношення напруги і рівня температури має вигляд, відповідно: 20 В – 200 °С; 40 В – 500 °С; 70 В – 900 °С; 105 В – 1200 °С.

Реєстрація та запис вимірюваної температури ізотермічної зони, напруги та струму центрального нагрівника здійснюється за допомогою програми IndexTem, що розроблена в НДЦ «РТ».

IndexTem виводить на екран дисплею графіки значень температури (показів термопар) у режимі реального часу, а також графіки змінення напруги і струму на центральному нагрівнику. Оскільки досягнення стаціонарного теплового режиму в дослідному зразку потребує тривалих часових затрат для вимірювання коефіцієнта теплопровідності за певної температури, то для можливості застосування рівняння теплопровідності (2.1) без змін використаний квазістаціонарний режим. Причому умовою настання квазістаціонарного режиму прийнято змінення перепаду температури по товщині шару не більше 1 К/год, що гарантує найнижче значення похибки (менше 1 %).

IndexTem здійснює розрахунок коефіцієнта теплопровідності із застосуванням принципу суперпозиції температурних полів. При настанні квазістаціонарного режиму необхідного температурного рівня, створеного фоновими нагрівниками, програма здійснює запис різниці температури між термопарами на внутрішній та зовнішній поверхнях дослідного зразка, після чого вмикається центральний нагрівник. Аналогічно, при зміненні перепаду температури по товщині шару не більше 1 К/год програма здійснює розрахунок коефіцієнта теплопровідності з урахуванням принципу суперпозиції температурних полів.

Таким чином, розрахункова формула для визначення коефіцієнта теплопровідності матеріалу має вигляд

$$\lambda = \frac{q_l \ln(d_2 / d_1)}{2\pi\Delta t} = \frac{UIk_l \ln(r_2 / r_1)}{2\pi\Delta t l}, \quad (2.14)$$

де q_l – лінійна густина теплового потоку, Вт/м; l – відстань між потенційними проводами, м; U – електрична напруга між потенційними проводами, В; I – сила струму крізь центральний нагрівник, А; k_l – коефіцієнт форми, що враховує неодномірність теплового потоку; r_1, r_2 – радіуси розташування внутрішньої і зовнішньої термопар, м; Δt – різниця температури із врахуванням суперпозиції температурних полів, К.

Вважаючи параметри, виміряні до включення установки, постійними для даного досліджу, їх можна об'єднати в комплекс

$$C_1 = \frac{\ln(r_2 / r_1)}{2\pi l} k_l. \quad (2.15)$$

Розрахункова формула для визначення коефіцієнта теплопровідності набуває вигляду

$$\lambda = C_1 \frac{UI}{\Delta t}. \quad (2.16)$$

Оскільки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності застосовуються чотири термопари (дві внутрішні та дві зовнішні), то результатом вимірювань є середнє арифметичне значення двох отриманих значень коефіцієнта теплопровідності

$$\lambda = \frac{\lambda_1 + \lambda_2}{2}. \quad (2.17)$$

2.5. Автоматизація експериментальних досліджень

Приладове забезпечення експериментальної установки для визначення коефіцієнта теплопровідності сипких вуглецевих матеріалів, до яких належать розроблювані вогнетриви та теплоізоляція, включає вимірювальний контур і захисну арматуру електричних ланцюгів (рис. 2.11).

Вимірювальний контур служить для визначення та автоматичної реєстрації температури в контрольних точках установки і потужності центрального нагрівника протягом усього експерименту [106]. База даних вимірювань формується на терміналі персонального комп'ютера (ПК) за допомогою спеціалізованого програмного забезпечення IndexTem.

Перетворення аналогового сигналу термопар на цифровий здійснюється за допомогою модуля вводу аналогових сигналів І-7018 (поз. І-6). Модуль містить вісім диференціальних каналів (без гальванічного розділення) введення сигналів від термопар різного типу з компенсацією температури холодного спаю, або уніфікованих струмових сигналів 0–20 мА (при використанні шунтувальних резисторів 125 Ом 0,1 %). Гальванічне розділення по інтерфейсу

і живленні становить 3 кВ. Живлення від постійного струму напругою 10–30 В. Споживана потужність до 1 Вт.

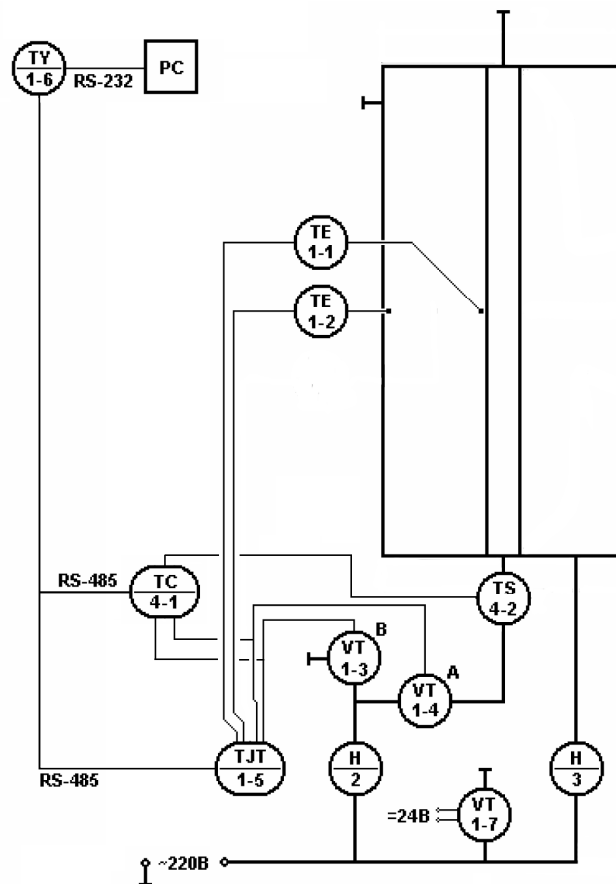


Рис. 2.11. Функціональна схема автоматизації

Інформація від модуля вводу аналогових сигналів у цифровій формі передається по мережі інтерфейсу RS-485 зі швидкістю 9600 біт/с. На термінал інформація надходить через перетворювач інтерфейсів RS-232/485 І-7520 (поз. 1–6), що забезпечує гальванічне розділення по інтерфейсах і живленню (до 3 кВ). Напруга живлення 10–30 В постійного струму. Потужність до 2,2 Вт.

Вимірювання потужності центрального нагрівника здійснюється за допомогою одноканальних вимірювальних перетворювачів з уніфікованим струмовим виходом 0–20 мА (поз. 1–3 і 1–4), які підключаються до вільних входів модуля вводу аналогових сигналів (поз. 1–5). Перетворювачі мають тривірневу гальванічну ізоляцію (до 1,5 кВ). Живлення – 20–28 В постійного струму. Споживана потужність до 3 Вт.

Перетворювач ПНС-2-07-2-24 (поз. 1-3) забезпечує вимірювання напруги змінного синусоїдального струму в діапазоні 0–250 В. Перетворювач ПНС-3-03-2-24 (поз. 1-4) забезпечує вимірювання сили змінного синусоїдального струму в діапазоні 0–5 А.

Для живлення приладів вимірювального контуру використовується двоканальний нестабілізований блок живлення БП24-2к (поз. 1-7), що забезпечує живлення навантаження по кожному каналі до 0,3 А. Блок має захист від короткого замикання і перевантажень, а також гальванічне

розділення між каналами і по ланцюгу живлення до 1 кВ, яке здійснюється від мережі змінного струму напругою 220 В. Споживана потужність до 30 Вт.

Для управління та захисту від перевантажень і короткого замикання ланцюгів центрального та фонових нагрівників використовуються автоматичні вимикачі ESCOPlus DPE06 (поз. 2, 3) з номінальним струмом силою 10 А і напругою 240 В. Струм відключення 6 кА.

Контур управління центральним нагрівником базується на програмованому логічному контролері ПЛК 150–220.А–М (поз. 4–1). Контролер забезпечує чотири універсальних канали введення аналогових сигналів. Управління центральним нагрівником здійснюється контролером за допомогою чотирьох каналів виводу дискретних сигналів на базі електромагнітних реле (поз. 4–2) (4 А, 220 В). Будь-який дискретний вихід може бути налаштований на генерацію ШИМ–сигналу.

Контролер оснащено портом Ethernet 10/100 Mb/c, RS–232 і RS–485 для організації мережі між вимірювальним комплексом та комп'ютером. Гальванічне розділення між портами введення, виведення, RS–485 та живлення (до 1,5 кВ). Живлення 90–264 В. Потужність до 6 Вт.

Для управління контролером потужністю центрального нагрівника застосовано програму Codesys (рис. 2.12), що є інструментальним програмним комплексом промислової автоматизації, основою якого є середовище розроблення прикладних програм для програмованих логічних контролерів (ПЛК) і поширюється безкоштовно.

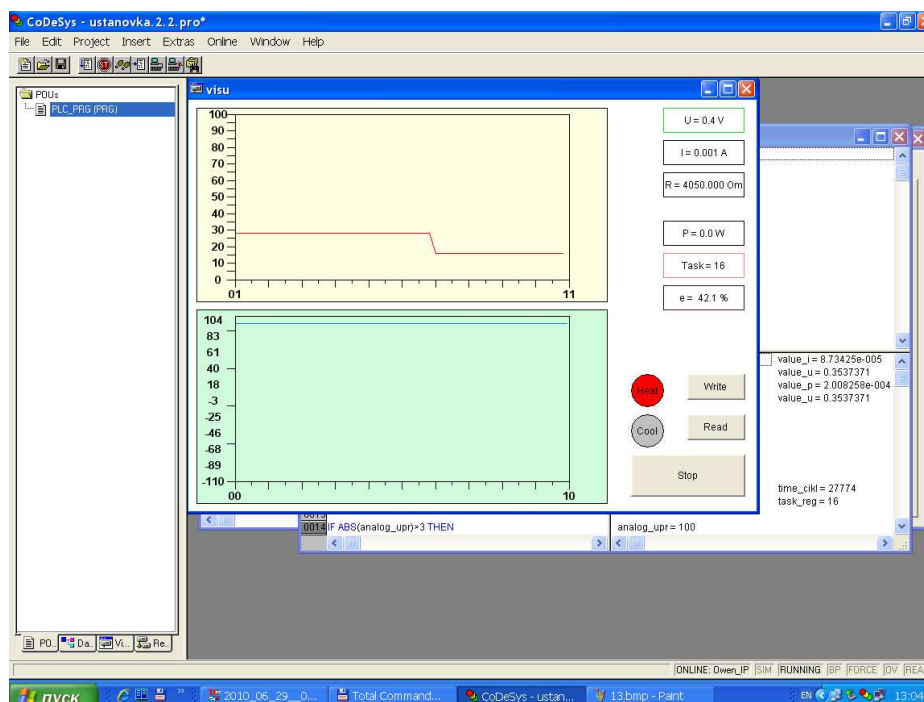


Рис. 2.12. Вікно програми Codesys для управління потужністю центрального нагрівника

Розроблення системи автоматизації та програмного управління центральним нагрівником була виконана спільно із співробітником кафедри автоматизації хімічних виробництв к.т.н., доц. Коржилом М. В. Реєстрація температури вимірювальної комірки, напруги та струму центрального

нагрівника, обчислення коефіцієнта теплопровідності здійснюється програмним продуктом IndexTem. IndexTem розраховує коефіцієнт ефективної теплопровідності досліджуваного матеріалу при настанні квазістаціонарного теплового режиму за формулою (2.16), при цьому результати вимірювань накопичуються в базі даних (рис. 2.13). Стенд з системою автоматики та блоком реєстрації та оброблення даних зображено на фотознімку (рис. 2.14).

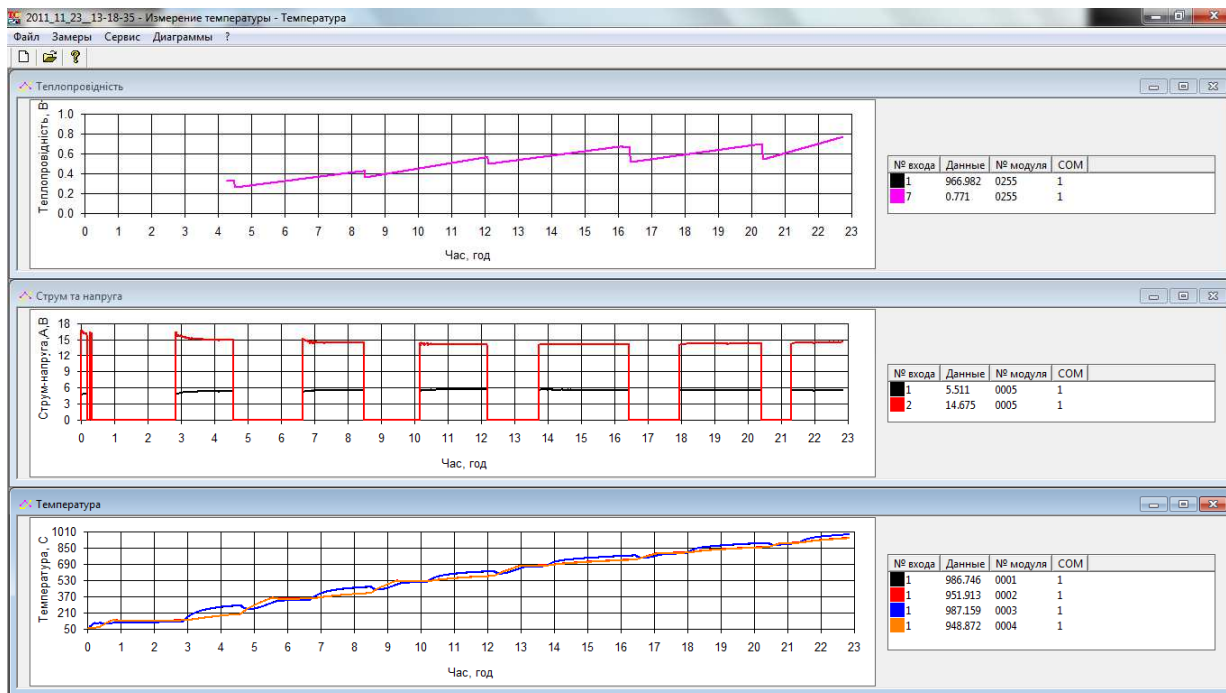


Рис. 2.13. Вікно програми IndexTem



Рис. 2.14. Фотознімок стенду з системою автоматики

2.6. Налагоджувальні дослідження установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності

Аналіз стандартних матеріалів з відтворюваними та стабільними значеннями коефіцієнта теплопровідності проводився за відкритими публікаціями України, Росії та мережі INTERNET. Крім того, були проведені консультації з фахівцями ВНДІМ (РФ), С.-Петербурзького технологічного інституту (Росія), Українського інституту вогнетривів (м. Харків). Результат пошуку показав, що в метрологічних службах України та Росії немає стандартного матеріалу (еталонного зразка) коефіцієнта теплопровідності від 0,2 Вт/(м·К) до 5 Вт/(м·К) у діапазоні температури 800–1500 °С.

Найбільш відтворювані фізичні властивості мають матеріали, до технології виробництва яких ставлять підвищені вимоги. До таких матеріалів відносять плавлений кварц, окис магнію, фториди кальцію, барію й магнію. Використання кварцового зразка як еталону можливе лише в діапазоні температури до 300 °С, коли радіаційною складовою при вимірюванні коефіцієнта теплопровідності можна знехтувати.

Налагодження установки також можна провести за допомогою зіставлення результатів дослідження коефіцієнта теплопровідності зразка на розробленій установці та стандартизованій, що виконана відповідно до нормативних інструкцій. Для реалізації цього підходу потрібно вибрати матеріали, які в досліджуваному діапазоні температури характеризуються достатньою відтворюваністю властивостей, а коефіцієнт теплопровідності перебуває в необхідному діапазоні значень. Такі матеріали отримують у контрольованих високотехнологічних процесах. З таких матеріалів виготовляють два зразки: для вимірювання на створеній і стандартизованій установках. Найкраще відповідають вище переліченим вимогам алюмосилікати. Для них характерне збільшення коефіцієнта теплопровідності з ростом відсоткового вмісту оксиду алюмінію і збільшення густини. Аналізуючи літературні дані, був взятий шамот із густиною біля 2000 кг/м³. При цьому був проведений аналіз шамотів марки ША виробництва Запорізького заводу вогнетривів, з яких була відібрана цеглина для подальшого визначення коефіцієнта теплопровідності.

У С.-Петербурзькому Державному технологічному інституті наявна сертифікована установка К1952 для високотемпературного дослідження коефіцієнта теплопровідності вогнетривких матеріалів [82], що дає змогу провести вимірювання коефіцієнта теплопровідності шамотної цегли до 950 °С та зіставити з отриманими результатами на установці, розробленій у КПІ ім. Ігоря Сікорського.

Налагодження дослідної установки проводиться при попередньому визначенні випадкової складової похибки (за розкидом точок) і систематичної (за зсувом отриманих точок щодо табличних значень з коефіцієнта теплопровідності стандартного зразка).

Розрахунок складових похибок для кожної точки проводиться за формулами:

– систематична відносна похибка вимірювань (зміщена) з урахуванням знаків

$$\delta_{\Sigma}^{\text{сист}}(\lambda) = \frac{\Delta\lambda}{\lambda_{\text{ст}}} 100 = \frac{\sum_{i=1}^n (\lambda_{\text{ст}} - \lambda_i)}{n\lambda_{\text{ст}}} 100; \quad (2.18)$$

– випадкова сумарна похибка вимірювань визначається як середньоквадратичне відхилення точок

$$\delta_{\Sigma}^{\text{вип}}(\lambda) = \frac{1}{\bar{\lambda}} \sqrt{\frac{\sum (\bar{\lambda} - \lambda_i)^2}{n(n-1)}} 100, \quad (2.19)$$

де $\lambda_{\text{ст}}$ – коефіцієнт теплопровідності стандартних зразків, Вт/(м·К); $\bar{\lambda}$ – результат вимірювання (середнє арифметичне значення) коефіцієнта теплопровідності, Вт/(м·К); λ_i – результат одиничного вимірювання, Вт/(м·К); n – кількість одиничних вимірювань.

Повна відносна похибка визначення коефіцієнта теплопровідності визначається за формулою

$$\delta(\lambda) = \sqrt{[\delta_{\Sigma}^{\text{вип}}(\lambda)]^2 + [\delta_{\Sigma}^{\text{сист}}(\lambda)]^2}. \quad (2.20)$$

За узгодженням з метрологічними службами налагодження і перевірка установки проводилася в три етапи із співставленням:

1) результатів вимірювань коефіцієнта теплопровідності кварцового скла марки КИ з літературними даними в діапазоні температури 300–600 К;

2) даних з коефіцієнта теплопровідності, отриманих на одному і тому ж зразку шамоту в Санкт-Петербурзькому державному університеті та розробленій установці в діапазоні температури 300–1300 К;

3) результатів вимірювань коефіцієнта теплопровідності вуглецевої теплоізоляційної шихти на установці фірми NETZSCH (Німеччина) та розробленій у КПІ ім. Ігоря Сікорського.

Атестація установки проводилася держаним підприємством «Укрметртестстандарт» у діапазоні температури 400–1300 К для сипких матеріалів з коефіцієнтом теплопровідності 0,3–3,0 Вт/(м·К). За результатами атестації відносна похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності не перевищує 12 %.

Для налагодження експериментальної установки за допомогою стандартного матеріалу плавленого кварцу марки КИ було створено зразок потрібної циліндричної форми з розмірами, що відповідають по висоті вимірювальній ділянці (табл. 2.2, рис. 2.15).

Підготовка до проведення налагоджувальних робіт на плавленому кварці [107] розпочинається з обгортання чохла центрального нагрівника, а саме вимірювальної ділянки, алюмінієвою фольгою для усунення радіаційної складової в коефіцієнті теплопровідності. Кварцовий зразок разом із встановленими термопарами також обгортається алюмінієвою фольгою (рис. 2.16).

Таблиця 2.2. Геометричні розміри кварцового оптичного скла

| | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | Середнє |
|------------|------|------|------|------|------|---------|
| D_1 , мм | 20,9 | 21,0 | 21,1 | 21,0 | 20,9 | 21 |
| D_2 , мм | 63,1 | 63,0 | 63,0 | 63,0 | 63,0 | 63 |
| H , мм | 96,0 | 96,1 | 95,9 | 95,9 | 96,0 | 96 |
| r , мм | 1,8 | 2,0 | 1,8 | 1,8 | 1,9 | 1,86 |

Така збірка зі стандартного зразка та термопар встановлюється у вимірювальну комірку дослідної установки, а порожнини по висоті заповнюють попередньо висушеним і просіяним піском гранскладом 0–2 мм.

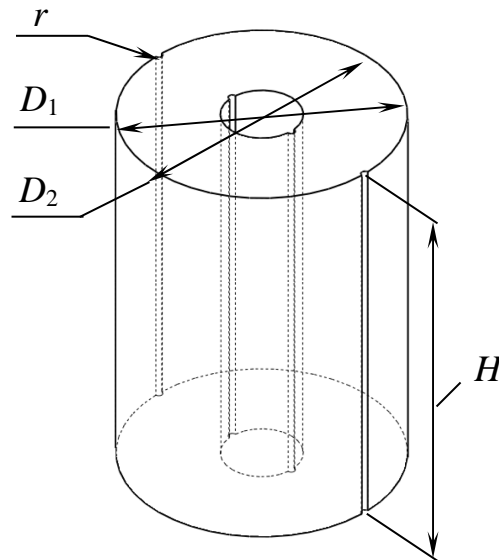


Рис. 2.15. Ескіз зразка оптичного кварцового скла марки КИ

Результати вимірювань для трьох температурних рівнів: 123; 217 і 315 °С наведено в табл. 2.3 і на рис. 2.17.

Таблиця 2.3. Похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності на кварцовому зразку

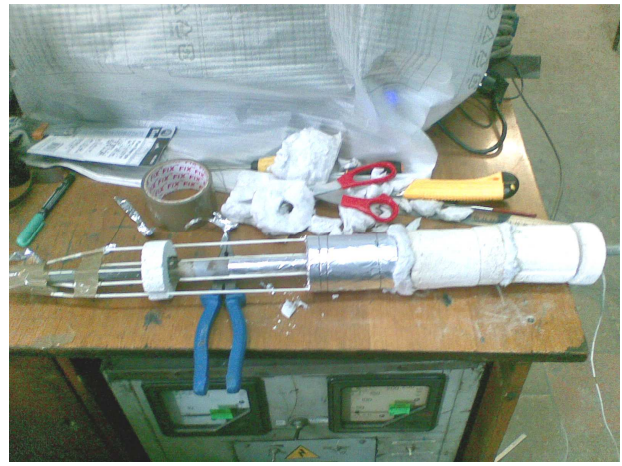
| Температура, °С | Коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К) | Повна відносна похибка визначення коефіцієнта теплопровідності, % |
|-----------------|---------------------------------------|---|
| 123 | 1,37 | 9,8 |
| 217 | 1,46 | 11,4 |
| 315 | 1,67 | 5,5 |

Таким чином, повна відносна похибка визначення коефіцієнта теплопровідності кварцового скла не перевищує 12 %.

Для можливості проведення налагоджувальних дослідів на шамотному зразку його потрібно привести до розмірів, які відповідають габаритам вимірювальної комірки – циліндрична форма із наскрізним отвором для чохла з центральним нагрівником та висотою, що співрозмірна із вимірювальною ділянкою (табл. 2.4, див. рис. 2.15).



а



б

Рис. 2.16. Складання стандартного кварцового зразка

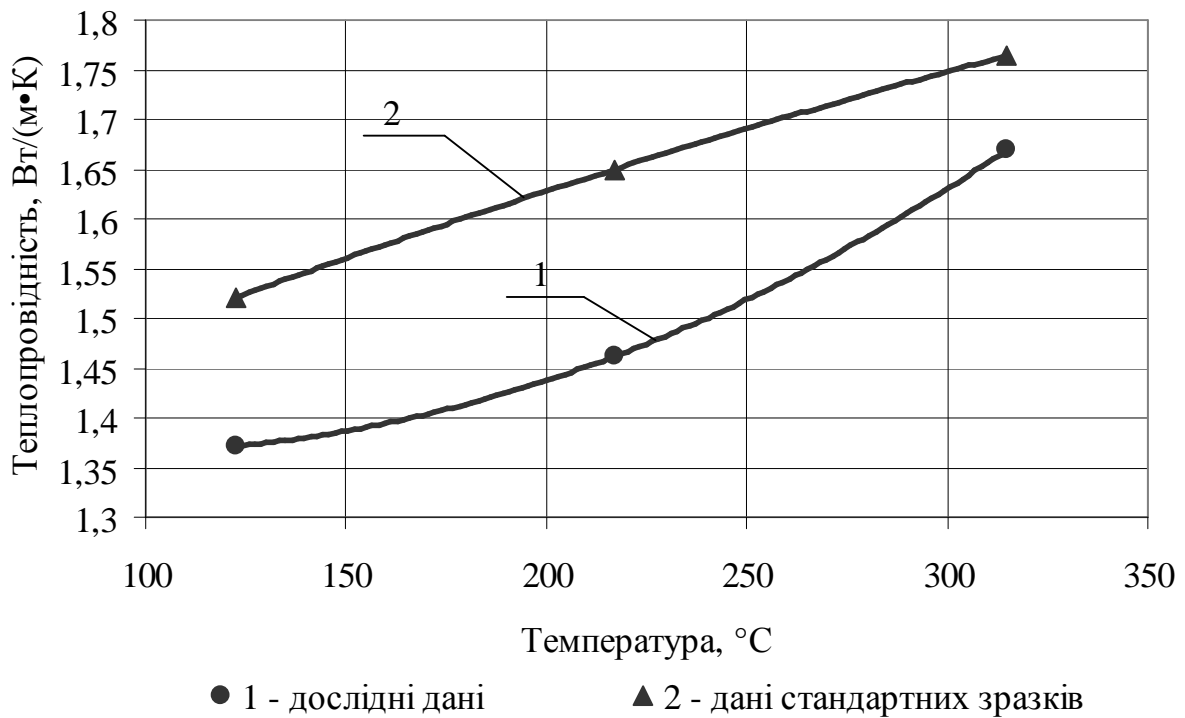


Рис. 2.17. Результати налагодження установки на кварцовому зразку

Зазори між поверхнями зразка та вимірювальною коміркою заповнені попередньо просіяним коксовим дріб'язком фракції 0–2 мм, який має коефіцієнт теплопровідності такого ж порядку як і в шамоту. Термопари в мулітокремнеземистих чохлах вмонтовані у канавках на внутрішній і зовнішній поверхнях зразка.

Таблиця 2.4. Геометричні розміри шамотного зразка

| Розмір, мм | 1 | 2 | 3 | 4 | 5 | Середнє |
|------------|-------|-------|-------|-------|-------|---------|
| D_1 | 22,1 | 21,5 | 22,5 | 21,5 | 22,8 | 22,1 |
| D_2 | 67,1 | 67,1 | 65,7 | 66,8 | 66,6 | 66,7 |
| H | 114,8 | 114,5 | 114,4 | 114,5 | 114,7 | 114,6 |
| r | 1,7 | 1,5 | 1,6 | 1,7 | 1,5 | 1,6 |

Вимірювання проведено на трьох температурних рівнях, що відповідали значенням 623; 825 і 932 °С. На рис. 2.18 наведено дані значень коефіцієнта теплопровідності шамоту ША середньої густини та дослідних даних, отриманих на сертифікованій установці СПБДТІ (ТУ) та дослідній установці КПІ ім. Ігоря Сікорського, відповідно. Результати обчислень наведено в табл. 2.5. Повна відносна похибка визначення коефіцієнта теплопровідності становить близько 12 %.

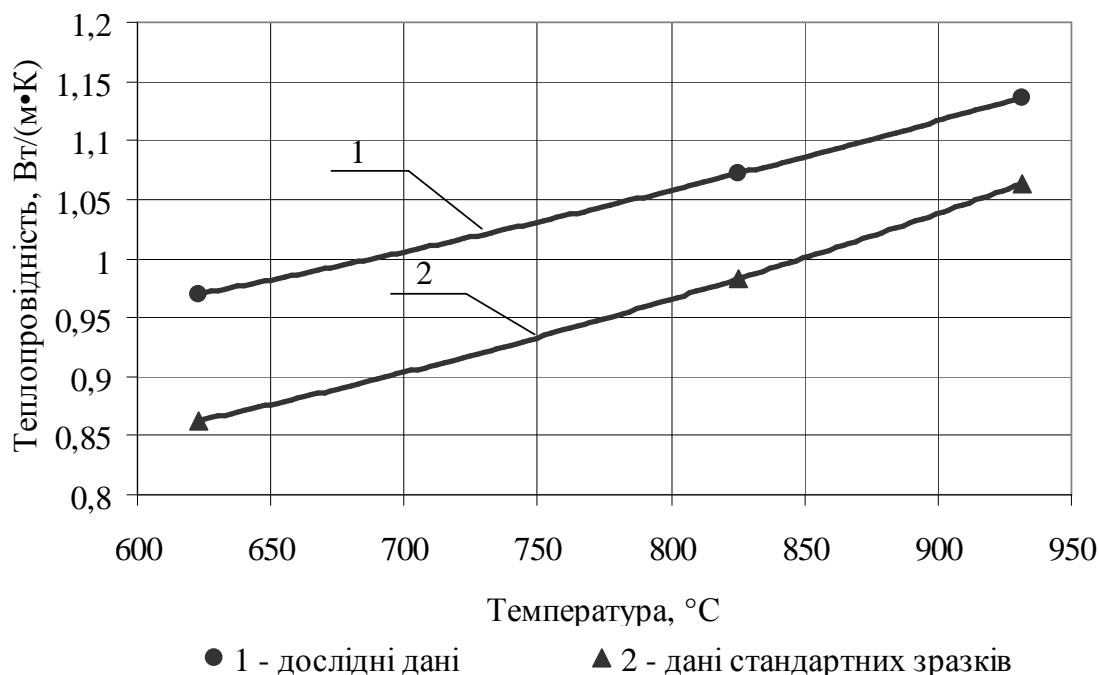


Рис. 2.18. Результати вимірювання коефіцієнта теплопровідності шамоту на установках КПІ ім. Ігоря Сікорського та СПБДТІ (ТУ)

Вимірювання коефіцієнта теплопровідності вуглецевої теплоізоляційної шихти були проведені фірмою NETZSCH-GERATEBAU GmbH та надані ПрАТ «Укрграфіт». На розробленій установці були проведені дослідні з вимірювання коефіцієнта теплопровідності даного сипкого вуглецевого матеріалу. Результати вимірювань зіставлені на рис. 2.19 і в табл. 2.6.

Таблиця 2.5. Похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності на шамотному зразку

| Температура, °С | Коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К) | Повна відносна похибка визначення коефіцієнта теплопровідності, % |
|-----------------|---------------------------------------|---|
| 623 | 0,97 | 12,4 |
| 825 | 1,07 | 9,1 |
| 932 | 1,14 | 6,9 |

Проведені налагоджувальні дослідні дали змогу обчислити коефіцієнт поправки для широкого температурного діапазону. Отже, розрахункова формула для визначення коефіцієнта теплопровідності має вигляд

$$\lambda = 0,408 \frac{UI}{\Delta t} . \quad (2.21)$$

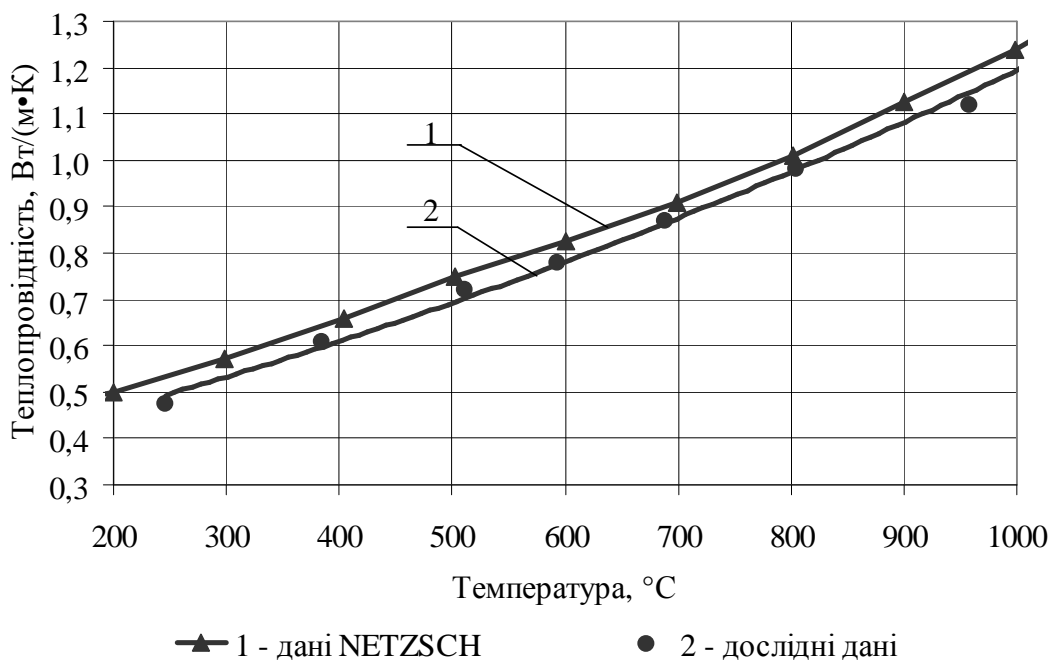


Рис. 2.19. Результати вимірювання коефіцієнта теплопровідності вуглецевої шихти на установках КПІ ім. Ігоря Сікорського та NETZSCH

Таблиця 2.6. Похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності теплоізоляційної шихти

| Температура, °C | Коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К) | Повна відносна похибка визначення коефіцієнта теплопровідності, % |
|-----------------|---------------------------------------|---|
| 246 | 0,47 | 11,3 |
| 593 | 0,78 | 4,9 |
| 958 | 1,12 | 6,7 |

2.7. Методика вимірювання та конструкція установки для вимірювання питомого електричного опору

На основі існуючого методу з метою підвищення точності вимірювання питомого електричного опору сипких вуглецевих матеріалів в діапазоні температури 20–1000 °C розроблено методику [108], яка дає змогу створити рівномірне температурне поле в радіальному та осьовому напрямках дослідного зразка завдяки пропусканню експериментально визначеного значення струму крізь досліджуваний матеріал та додаткового теплопідводу до його бічної поверхні.

Визначення питомого електричного опору (ρ) полягає в пропусканні крізь підпресований вуглецевий матеріал електричного струму I , вимірюванні падіння напруги U на ділянці фіксованої довжини l з площею поперечного перерізу S та обчисленні ρ за формулою (1.21).

Підвищення точності вимірювання питомого електричного опору сипких вуглецевих матеріалів в діапазоні температури 20–1000 °C з гранулометричним складом до 15 мм здійснюємо внаслідок створення рівномірного температурного поля по об'єму досліджуваного матеріалу на всьому інтервалі вимірюваної температури та спрощення існуючої конструкції торцевою та радіальною теплоізоляцією [109].

Розроблена установка представляє собою вертикальну керамічну трубу (порожнистий циліндр), зовні якої розміщений спіральний нагрівник 1 (рис. 2.20). Внутрішній простір порожнистого циліндра утворює вимірювальну комірку, всередині якої досліджуваний вуглецевий матеріал 2 затискується зверху і знизу графітовими електродами 3 з певним зусиллям F . Електроди відповідають перерізу труби і піддаються навантаженню зовні стискуючим механізмом. Вимірювальна комірка оточена торцевою теплоізоляцією 4 для зменшення теплових втрат в осьовому напрямку та радіальною 5, яка розміщена із зовнішньої сторони спірального нагрівника [110].

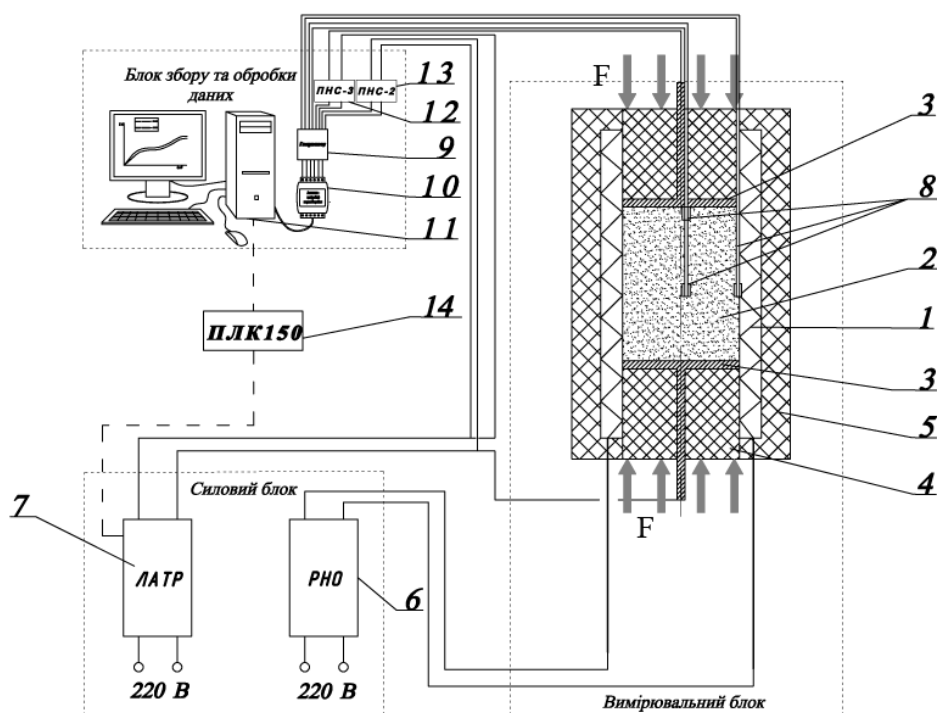


Рис. 2.20. Блок-схема установки для визначення питомого електричного опору вуглецевих матеріалів: 1 – спіральний нагрівник; 2 – досліджуваний матеріал; 3 – графітовий електрод; 4 – торцева теплоізоляція; 5 – радіальна теплоізоляція; 6 – регулятор напруги спірального нагрівника; 7 – регулятор напруги для вимірювальної ділянки; 8 – термопари; 9 – комутуючий пристрій; 10 – аналого-цифровий перетворювач; 11 – блок обробки і реєстрації даних (ПК); 12 – перетворювач струму; 13 – перетворювач напруги; 14 – програмований контролер

Досягнення необхідного температурного режиму та рівномірного температурного поля в об'ємі засипки здійснюється за допомогою регулювання потужностей спірального нагрівника 1 та внутрішнього джерела енергії досліджуваного матеріалу. Задавання потужності спірального нагрівника і струму, що проходить крізь досліджуваний матеріал, здійснюється за допомогою регуляторів 6 і 7, відповідно.

Температура досліджуваного зразка визначається як середнє значення показів двох хромель-алюмелевих термопар 8, одна з яких установлюється на внутрішній стінці керамічної труби посередині дослідної ділянки, а друга – по осі труби [111].

Значення падіння напруги на торцях досліджуваного матеріалу та електричного струму, який крізь нього проходить, надходять на блок збору й обробки даних, який складається з комутуючого пристрою 9, аналого-цифрового перетворювача 10 і блоку обробки і реєстрації даних (ПК) 11. Вимірювання струму та напруги здійснюється за допомогою перетворювачів 12 та 13. Підтримування заданої потужності внутрішнього джерела теплоти в зразку 2 забезпечується регулятором 7 за допомогою програмованого контролера 14.

Реєстрація та оброблення отриманих даних здійснюється на ПК за допомогою спеціалізованого програмного продукту IndexTem. Управління потужністю внутрішнього джерела теплоти в зразку завдяки проходженню електричного струму здійснюється аналогічною системою автоматики вимірювання коефіцієнта теплопровідності з відмінністю лише у змінній потужності нагрівання. Вимірювання питомого електричного опору супроводжується попереднім визначенням контактного опору графітових електродів.

Схему розробленої установки з графітовими електродами наведено на рис. 2.21, 2.22.



a



б

Рис. 2.21. Фотознімок дослідної установки (*a*) для вимірювання питомого електричного опору та графітового електроду (*б*)

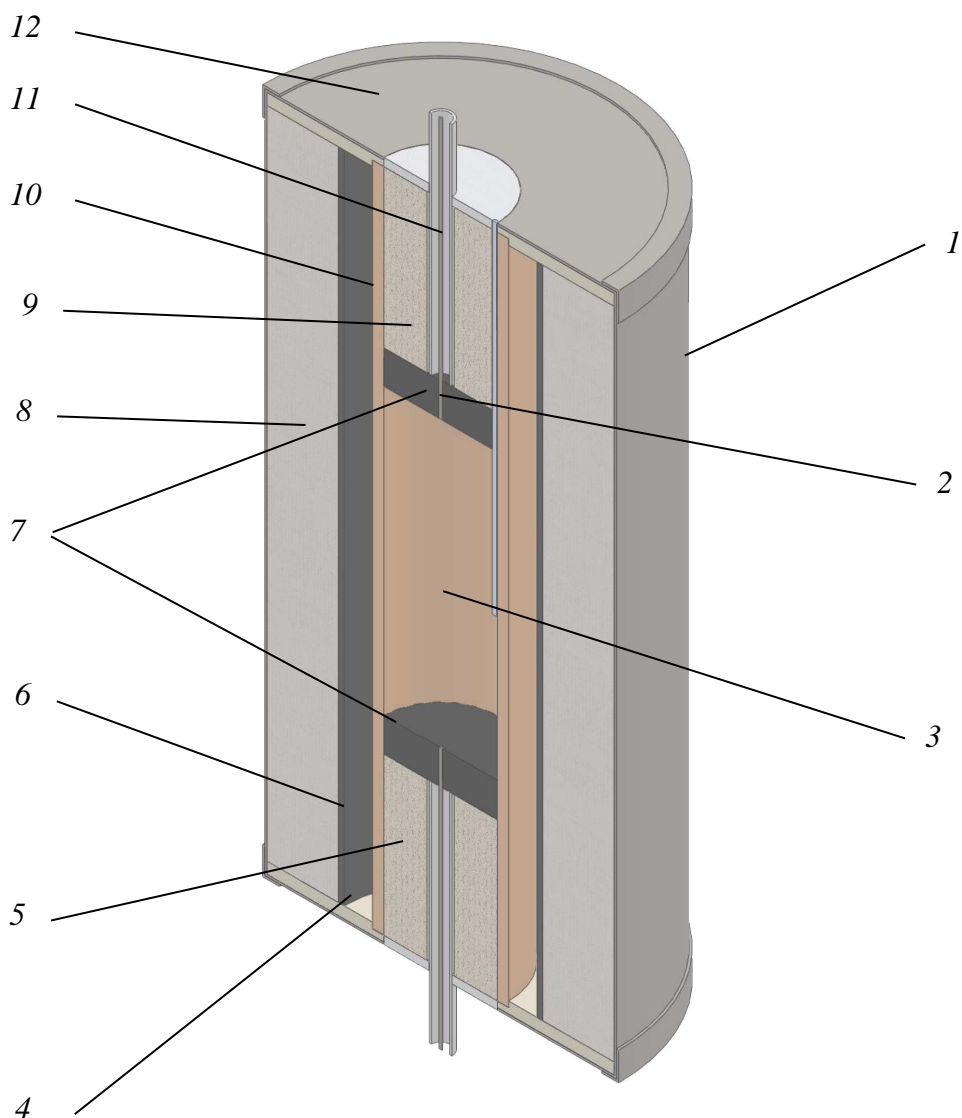


Рис. 2.22. Поздовжній розріз твердотільної моделі установки для вимірювання ПЕО: 1 – обичайка кожуха; 2 – термопара; 3 – вимірювальна комірка; 4 – дно кожуха; 5 – торцеві плити; 6 – фоновий нагрівник; 7 – графітові електроди; 8 – радіальна теплоізоляція; 9 – торцева теплоізоляція; 10 – керамічна трубка; 11 – провідник підведення струму та знімання електричного потенціалу; 12 – кришка кожуха

2.8. Висновки до розділу 2

Відповідно до проведених досліджень можна зробити такі висновки.

1. Запропонована методика вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипких вуглевмісних матеріалів, яка ґрунтується на принципі суперпозиції температурних полів досліджуваного матеріалу, дає змогу підвищити точність вимірювання в широкому діапазоні температур.

2. Розроблена теплоелектрична модель конструкції установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності, числовий аналіз якої показав систематичну похибку, спричинену неодномірністю температурного поля на вимірювальній ділянці, не більше 2 %.

3. Описано конструкцію дослідної установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності розроблених вогнетривів та теплоізоляції з

конструкційними можливостями, що дають змогу здійснювати дослідження в температурному діапазоні 100–1000 °С для матеріалу фракційним складом до 15 мм, яка пройшла атестацію державним підприємством «Укрметртестстандарт» на шамотному, кварцовому та сипкому вуглецевому зразках і показала похибку вимірювання не більше 12 %, що перебуває в межах розрахункової похибки 16 % (за довірчої ймовірності $W=0,997$).

4. За допомогою рототабельного центрального композиційного планування (РЦКП) експерименту встановлено достатність двадцяти дослідних точок для обчислення регресійного рівняння залежності коефіцієнта теплопровідності кам'яновугільного коксу від температури (200–1000 °С), розміру гранул (1–7 мм) та вмісту графітованого матеріалу (0–100 %).

5. Розроблено методику та конструкцію установки для вимірювання питомого електричного опору розроблюваних вогнетривів та теплоізоляції, що дають змогу створити рівномірне температурне поле в радіальному та осьовому напрямках досліджуваного матеріалу завдяки пропусканню крізь нього експериментально визначеного значення струму та додаткового теплопідводу до його бічної поверхні.

6. Розроблено теплоелектричну числову модель для розроблюваної конструкції установки, на основі якої здійснено оцінку систематичної методичної похибки вимірювання ПЕО у зв'язку з неоднорідністю електричного потенціалу у вимірювальній комірці, що не перевищує 2 %.

7. На основі розрахунку та налагоджувальних дослідів визначено похибку вимірювання ПЕО, що не перевищує 15 % за довірчої ймовірності $W = 0,997$.

3. ЕКСПЕРИМЕНТАЛЬНІ ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ ТА ПИТОМОГО ЕЛЕКТРИЧНОГО ОПОРУ СИПКИХ ВУГЛЕЦЕВИХ ФУТЕРУВАЛЬНИХ І ТЕПЛОІЗОЛЯЦІЙНИХ МАТЕРІАЛІВ

3.1. Підбір гранулометричного і матеріального складу матеріалів, що відповідає вимогам електродного виробництва

Аналіз літературних джерел [112–114] показав, що в печах графітування як високотемпературний вогнетривкий матеріал використовують сипкі вуглецеві матеріали: графітований кам'яновугільний кокс – 30 мм; суміш сирого, графітованого коксу, піску та деревної тирси в різних пропорціях.

Теплоізоляційна шихта має задовольняти такі вимоги: високий електричний опір для запобігання втрат електроенергії на нагрівання теплоізоляції; низька теплопровідність для досягнення високих температур у kernі й мінімально можливих втрат теплоти; достатня пористість для видалення газів, що виділяються в процесі графітування. Вимоги, що ставляться до подової шихти, аналогічні.

Як додаткові характеристики матеріалів визначали питомий електричний опір методом амперметра-вольтметра, грансклад, насипна вага, зола, вміст карбиду кремнію. У результаті проведених робіт досліджень отримано коефіцієнти теплопровідності подових шихт, теплоізоляційних шихт, коксового дріб'язку НЕЗу, ПрАТ «Укрграфіт», ЧЕЗу та ЕВ ЧЕМК. Також досліджувалися оборотні шихтові матеріали, пісок, сажа.

На основі отриманих даних можна зробити такі висновки:

– коксовий дріб'язок, що постачається Кадієвським КХЗ та Челябінським металургійним заводом, має найкращі тепло- та електроізолювальні властивості порівняно з коксовим дріб'язком інших постачальників, а тому й забезпечує гарні ізолювальні властивості теплоізоляційної шихти. Це пояснюється підвищеним вмістом у коксовому дріб'язку дрібних фракцій;

– подові шихти всіх заводів за теплопровідністю мають показники такого ж рівня, як і теплоізоляційні шихти. Готувати окремо подову та теплоізоляційну шихту немає потреби, доцільніше застосовувати єдину уніфіковану шихту;

– оборотна теплоізоляційна шихта має підвищену порівняно з вихідною теплопровідність. Залежність коефіцієнта теплопровідності цих матеріалів від температури стрімко зростає. Це пояснюється як зміною структури коксового дріб'язку, яка відбувається під впливом високих температур, так і наявністю значної кількості (до 40 %) карбиду кремнію, який має високий коефіцієнт теплопровідності, в кілька разів вищий за теплопровідність матеріалу засипки;

– при дослідженні вузьких фракцій коксового дріб'язку ЧМЗ показано, що теплопровідність дрібних фракцій (-0,5 мм) з температурою змінюється несуттєво на відміну від крупних фракцій та суміші. Таким чином, збільшення

вмісту дрібних фракцій у суміші приводить до поліпшення та стабілізації теплоізоляційних властивостей, особливо за високих температур;

– характер зміни теплопровідності теплоізоляційних шихт різних заводів аналогічний. Виходячи з того, що нестабільність показника електро- та теплопровідності однієї і тієї ж проби матеріалу значна, можна вважати, що суттєвих відмінностей у теплопровідності шихт різних заводів немає;

– застосовуваний на заводах контроль якості теплоізоляційної шихти недостатній. Основним регулюючим чинником для зменшення теплопровідності різних засипок є гранулометричний склад шихти. Дослідженнями встановлено, що збільшення в складі шихти вмісту дрібних фракцій значно поліпшує та стабілізує її теплоізоляційні властивості. Електропровідність шихти також регулюється гранскладом у широких межах.

За існуючого способу оцінки якості теплоізоляційної шихти за її ПЕО наявність великої кількості карбіду кремнію в оборотній теплоізоляційній шихті вносить значну невідповідність між уявною та істинною якістю шихти. Маючи високе значення ПЕО, завдяки карбіду кремнію шихта стає більш теплопровідною, що стрімко погіршує режим процесу графітування.

За результатами попередніх досліджень найбільший інтерес представляють дрібні фракції кам'яновугільного коксу. Найбільш доступним є кам'яновугільний кокс гранулометричним складом до 10 мм, який ще називають коксовим дріб'язком.

3.2. Результати дослідження теплопровідності вуглецевих матеріалів

3.2.1. Особливості вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипких вуглецевих матеріалів

Коефіцієнт ефективної теплопровідності сипких матеріалів значною мірою визначається контактом між частинками. Зростання кількості контактів приводить до зростання коефіцієнта ефективної теплопровідності. Водночас створення фіксованих умов проведення експерименту не виключає випадковості укладання частинок матеріалу при кожній серії вимірювань, разом з тим і випадкової змінної кількості контактів між частинками. Зазначена складова похибки показує відтворюваність значення коефіцієнта теплопровідності для досліджуваного матеріалу. Для встановлення відтворюваності результатів вимірювання проведено кілька серій експериментів для сипких вуглецевих матеріалів.

Пробні досліди вимірювання коефіцієнта теплопровідності в температурному діапазоні 300–1000 °С проведені з використанням коксового дріб'язку (макіївський кокс), що має гранулометричний склад 0–10 мм (табл. 3.1) та насипну густину засипки 480 кг/м³. При проведенні пробних експериментів (рис. 3.1) ставилося за мету дослідити відтворюваність результатів за повторних вимірювань коефіцієнта теплопровідності.

Таблиця 3.1. Фракційний розподіл досліджуваного коксового дріб'язку

| | | | | | | |
|-------------|------|------|------|------|------|------|
| Фракції, мм | +10 | 7–10 | 5–7 | 3–5 | 1–3 | 0–1 |
| Вміст, % | 10,9 | 16,3 | 25,2 | 11,2 | 11,7 | 24,7 |

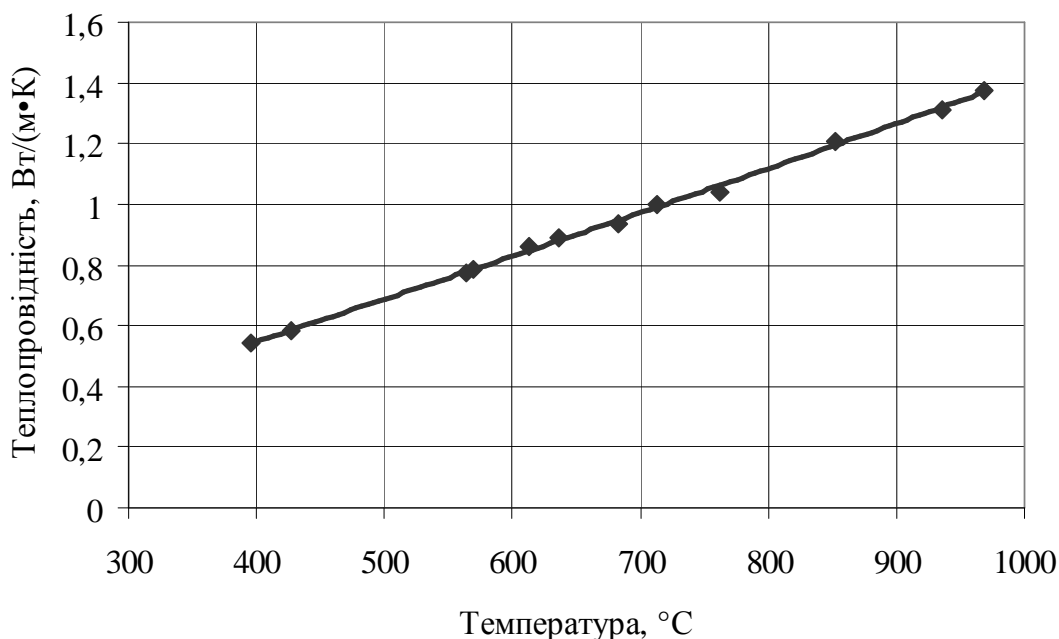


Рис. 3.1. Результати вимірювання коефіцієнта теплопровідності коксового дріб'язку за умови вільної засипки

Відносна випадкова похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності фракції 0–10 мм як середньоквадратичного відхилення отриманих значень від середнього значення температурної залежності для всіх точок становить 1 % при довірчій ймовірності $W = 0,68$.

Також були проведені повторні вимірювання коефіцієнта теплопровідності сирого коксового дріб'язку гранулометричною фракцією 0–10 мм (табл. 3.2) у діапазоні температури 200–1000 °C з насипною густиною 740 кг/м³ (рис. 3.2).

Таблиця 3.2. Фракційний розподіл досліджуваного сирого коксового дріб'язку

| | | | | | | | | | | |
|-------------|-----|------|-----|------|------|------|-------|----------|------------|-------------|
| Фракція, мм | +10 | 8–10 | 6–8 | 4–6 | 2–4 | 1–2 | 0,5–1 | 0,16–0,5 | 0,017–0,16 | менше 0,017 |
| Вміст, % | 1,1 | 0,3 | 3,5 | 14,2 | 20,4 | 18,5 | 17,1 | 17,1 | 5,2 | 2,6 |

Для коксового дріб'язку, що розглянуто, відтворюваність результатів становить 3,1 %.

Актуальність проведення дослідження коефіцієнта теплопровідності сипких вуглецевих матеріалів на прикладі коксового дріб'язку пов'язана з відсутністю в літературі даних, які б враховували гідростатичний тиск, що присутній у печах графітування завдяки шару матеріалу заввишки близько 4 м і становить

приблизно 27 кПа. Тому важливо дослідити вплив тиску на характер температурної залежності коефіцієнта теплопровідності коксового дріб'язку. Для цього були проведені досліди на сирому коксовому дріб'язку гранулометричним складом 0–10 мм, фракціях 0–2 мм і 6–8 мм в умовах вільної засипки та попереднього трамбування прикладеною вагою.

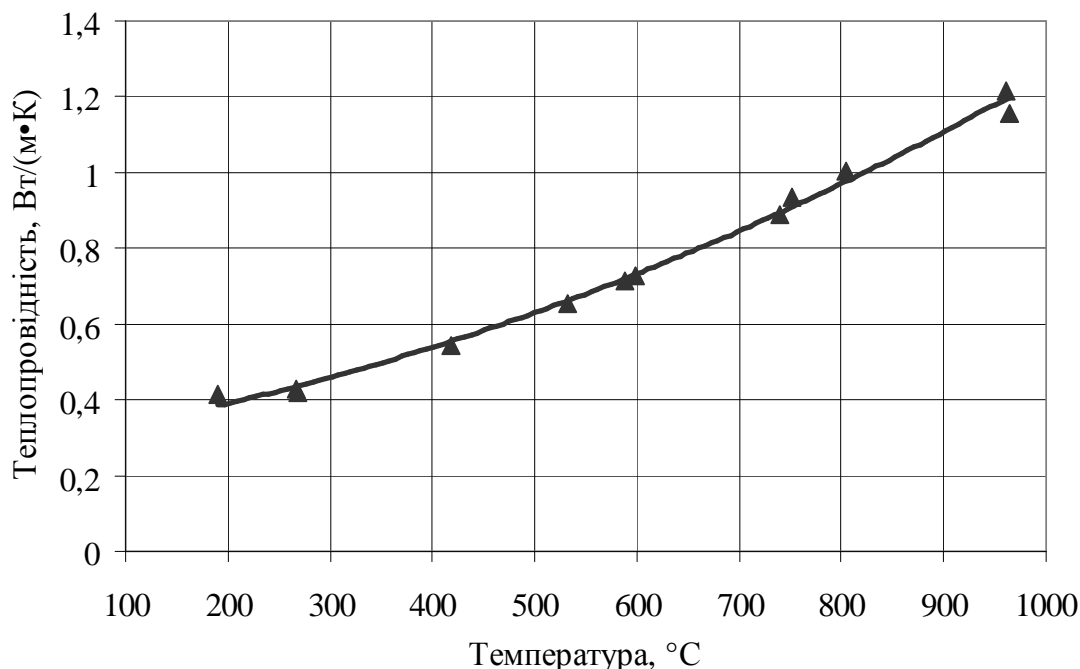


Рис. 3.2. Коефіцієнт теплопровідності сирого коксового дріб'язку 0–10 мм

Тиск зі значенням приблизно 27 кПа створювався внаслідок пошарового заповнення і трамбування під дією ваги. Цей спосіб трамбування дає змогу досягти більш щільної укладки частинок досліджуваного матеріалу. Вимірювання коефіцієнта теплопровідності коксового дріб'язку різного фракційного складу здійснювалися при вільній засипці та при тиску до 68 кПа.

При тиску 68 кПа коефіцієнт теплопровідності коксового дріб'язку фракцією 0–2 мм набуває майже еквідистантного зміщення в сторону росту теплопровідності на 40 % (рис. 3.3), що характерно для температурного відрізка 200–700 °C. Вище 700 °C коефіцієнт теплопровідності підпресованого матеріалу зменшується і при 970 °C наближається до значення коефіцієнта теплопровідності матеріалу при вільній засипці. Отримані результати для фракції 0–2 мм пояснюються зростанням кількості контактів між частинками із зростанням тиску, що особливо проявляється при низькій температурі.

Вплив ущільнення під тиском 45 кПа зернистої системи фракційним складом 0–10 мм показує зміщення кривої коефіцієнта теплопровідності (рис. 3.4), що не перевищує 15 %, причому відносна випадкова похибка для двох кривих не перевищує 6 %.

Таким чином, ущільнення сирого коксового дріб'язку фракції 0–10 мм приводить до вищих значень коефіцієнта теплопровідності за низької температури та зниження за високої температури по відношенню до коефіцієнта теплопровідності вільної засипки.

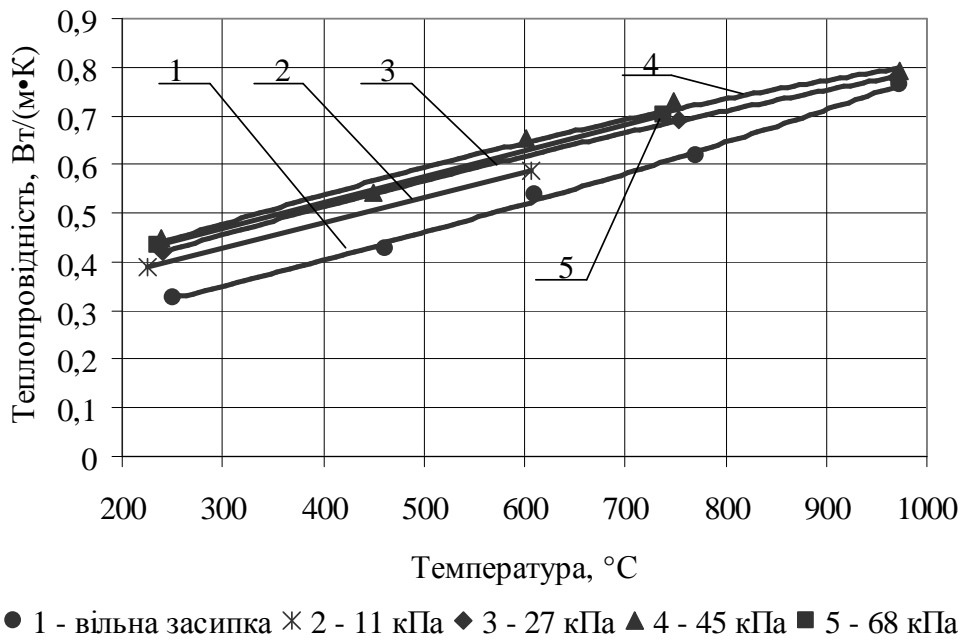


Рис. 3.3. Вплив ущільнення на характер коефіцієнта теплопровідності сирого коксового дріб'язку фракцією 0–2 мм

Ущільнення коксового дріб'язку фракції 6–8 мм за тиску 68 кПа приводить до зменшення коефіцієнта теплопровідності за високої температури (рис. 3.5).

Для фракції 6–8 мм за температури 200–550 °C коефіцієнт теплопровідності має слабку залежність від стискального зусилля, що пов'язано з визначальним впливом коефіцієнта теплопровідності власне матеріалу та відсутністю зміни структури упакування гранул. За високої температури (близько 1000 °C) у результаті ущільнення зменшується простір між частинками, тому завдяки зменшенню радіаційної складової значення коефіцієнта теплопровідності зменшується майже на 20 %.

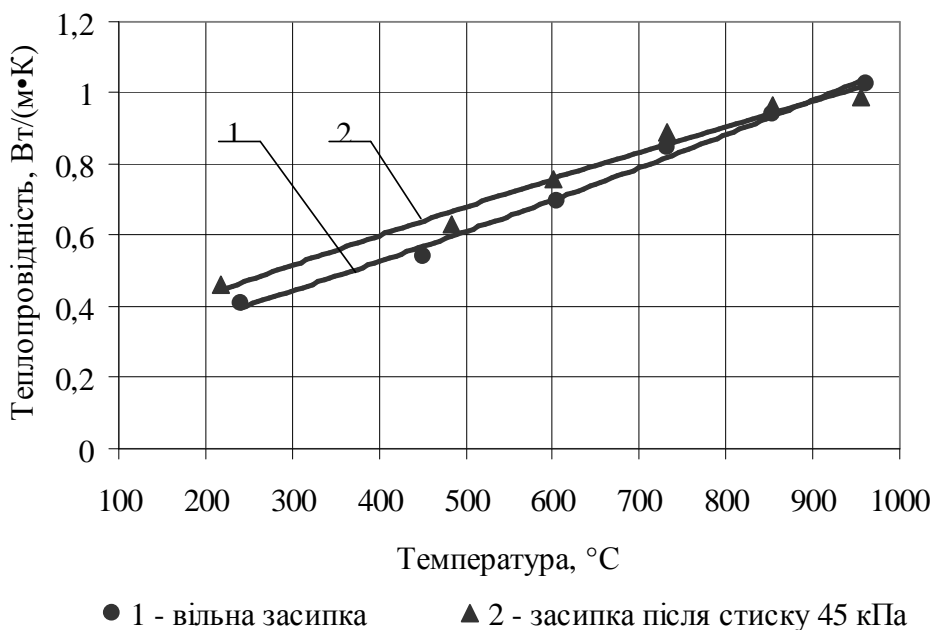


Рис. 3.4. Вплив ущільнення на характер коефіцієнта теплопровідності сирого коксового дріб'язку гранулометричним складом 0–10 мм

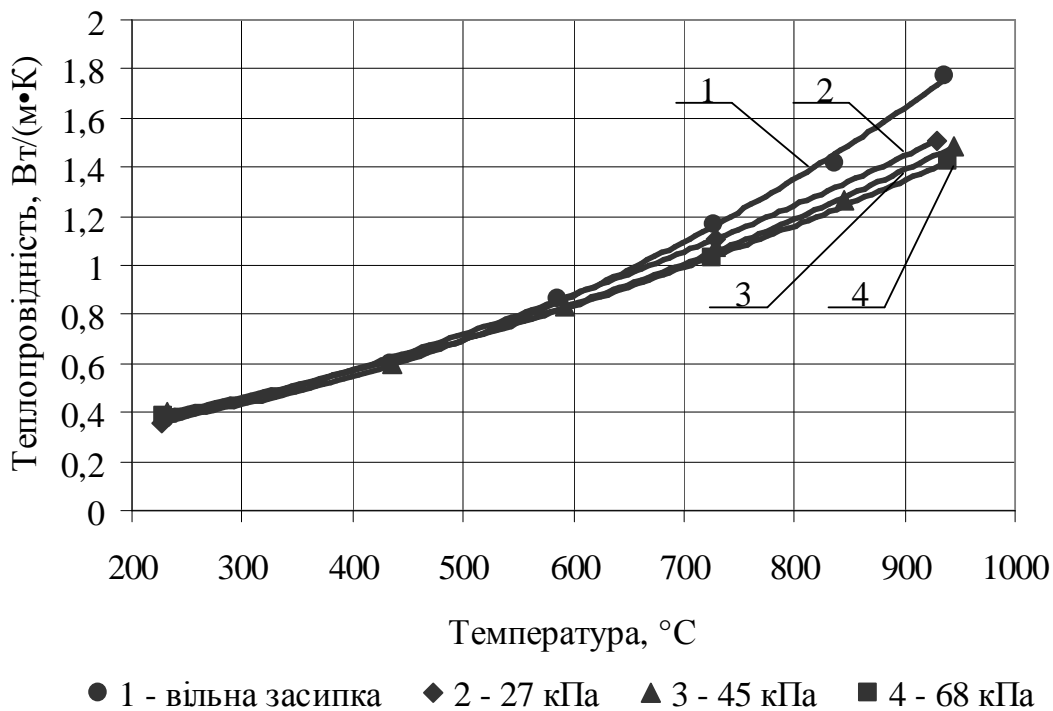


Рис. 3.5. Вплив ущільнення на характер коефіцієнта теплопровідності сирого коксу фракцією 6–8 мм

Потрібно зазначити, що для фракцій досліджуваного матеріалу 0–2 мм та 6–8 мм тиск вище 27 кПа майже не впливає на значення коефіцієнта теплопровідності.

Застосування рототабельного центрального композиційного планування експерименту на основі двадцяти дослідних точок дає змогу розрахувати регресійне рівняння залежності коефіцієнта ефективної теплопровідності (коефіцієнт детермінації $R^2=0,85$) від температури, розміру гранул та прикладеного тиску

$$\lambda = 0,26 + 1,43 \cdot 10^{-4} t - 0,051 d + 0,009 p + 2,77 \cdot 10^{-7} t^2 - 4,36 \cdot 10^{-5} p^2 + 1,98 \cdot 10^{-4} t d - 6,08 \cdot 10^{-6} t p - 5,9 \cdot 10^{-4} d p, \quad (3.1)$$

де λ – коефіцієнт ефективної теплопровідності, Вт/(м·К); t – температура, °C.

Отримане регресійне рівняння дає змогу розраховувати коефіцієнт теплопровідності сирого коксу фракційним складом 2–6 мм у діапазоні температури 300–1000 °C та прикладеного тиску 0–54 кПа з відхиленням від експериментальних значень не більше 20 %.

Графіки залежності коефіцієнта теплопровідності в разі вільної засипки та при тиску 54 кПа наведено на рис. 3.6, 3.7. Варто зазначити істотний вплив тиску на характер температурної залежності коефіцієнта теплопровідності.

Наступні дослідження коефіцієнта теплопровідності сипкого вуглецевого матеріалу проводилися з попереднім трамбуванням під тиском 27 кПа.

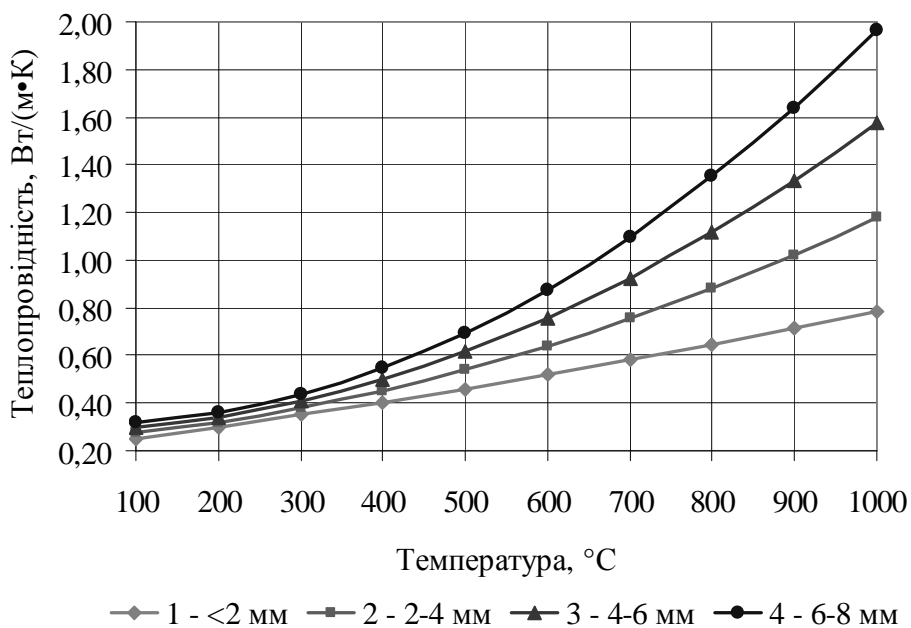


Рис. 3.6. Коефіцієнт теплопровідності сирого коксу при вільній засипці

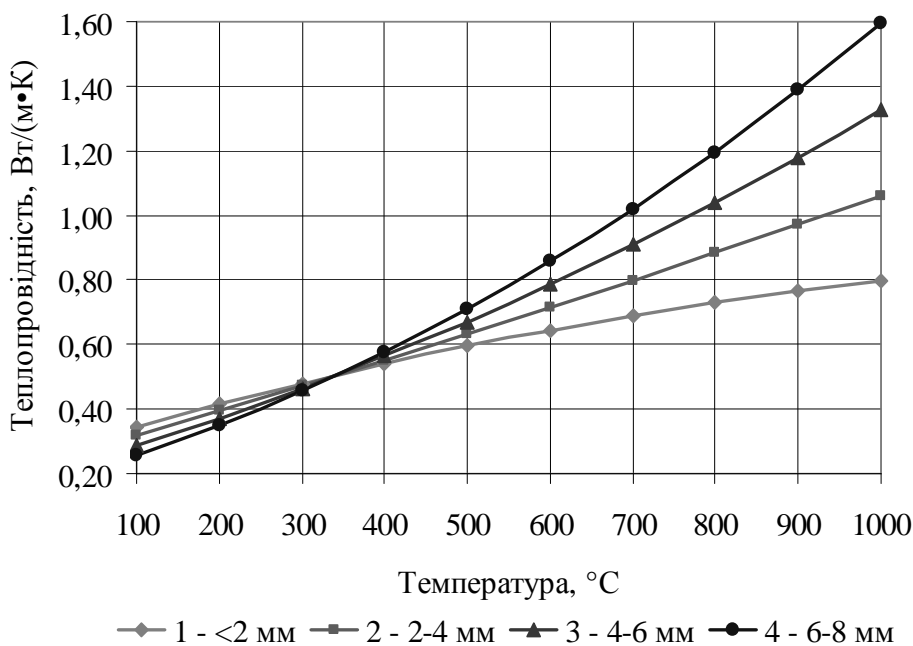


Рис. 3.7. Коефіцієнт теплопровідності сирого коксу при тиску 54 кПа

3.2.2. Дослідження теплопровідності сумішей сирого та графітованого коксу

Високотемпературні агрегати важкої промисловості потребують підвищених вимог до теплоізоляційних матеріалів, які мають бути стійкими до температурних і механічних навантажень. Варто виділити клас дрібного кам'яновугільного коксу гранулометричною фракцією 0–10 мм, який називається коксовим дріб'язком. Коксовий дріб'язок використовують як пересипковий і теплоізоляційний матеріал у печах випалу та графітування вуглеграфітових виробів [36, 114–116].

У печах графітування як теплоізоляцію використовують багатокомпонентну теплоізоляційну шихту, серед компонентів якої присутні сирий і графітований коксовий дріб'язок, тирса й пісок [113]. Графітований кокс характеризується зміненими теплофізичними властивостями після високотемпературної обробки (вище 2300 °С), за якої відбувається часткове впорядкування кристалічної решітки [19].

Розрахунок температурних полів у печі графітування потребує більш детального вивчення температурної залежності коксового дріб'язку залежно від гранулометричного та структурного складу, пропорцій їхніх сумішей.

Для дослідження сумішей різних співвідношень сирого та графітованого коксу був вибраний матеріал гранулометричним складом до 10 мм [117]. Оскільки на коефіцієнт ефективної теплопровідності має значний вплив розмір частинок у сипкому матеріалі, то необхідні відомості про його гранулометричний склад.

У лабораторії ПрАТ «Укрграфіт» проведено аналіз складу сипких теплоізоляційних матеріалів, використовуваних у печах графітування електродного заводу. Отримані дані наведені в табл. 3.2, 3.3 і 3.4 для багатокомпонентної теплоізоляційної шихти, графітованої багатокомпонентної шихти, сирого та графітованого коксового дріб'язку.

Таблиця 3.3. Гранулометричний склад багатокомпонентної теплоізоляційної шихти

| Фракція, мм | +10 | 8-10 | 6-8 | 4-6 | 2-4 | 1-2 | 0,5-1 | 0,16-0,5 | 0,017-0,16 | менше 0,017 |
|-------------|-----|------|-----|-----|------|------|-------|----------|------------|-------------|
| Вміст, % | 0 | 1,5 | 3,1 | 8,8 | 13,2 | 12,3 | 13,0 | 38,0 | 7,6 | 2,5 |

Використовувана на ПрАТ «Укрграфіт» теплоізоляційна шихта, крім коксу, містить кварцовий пісок і деревну тирсу в кількості по 10 % (за об.). Графітований коксовий дріб'язок отриманий шляхом графітування у тиглі, що був завантажений у верхньому шарі теплоізоляційної шихти, його гранулометричний склад наведений у табл. 3.4.

Таблиця 3.4. Гранулометричний склад графітованого коксового дріб'язку

| Фракція, мм | +10 | 8-10 | 6-8 | 4-6 | 2-4 | 1-2 | 0,5-1 | 0,16-0,5 | 0,017-0,16 | менше 0,017 |
|-------------|-----|------|-----|------|------|------|-------|----------|------------|-------------|
| Вміст, % | – | – | 3,5 | 17,0 | 20,2 | 16,9 | 14,7 | 15,7 | 6,0 | 6,0 |

Гранулометричний склад графітованого коксового дріб'язку відповідає складу вихідного сирого коксового дріб'язку. Розходження вмісту за фракціями не перевищує 3 %, крім фракції менше 0,017 мм. Частка фракції менше 0,017 мм

після термообробки збільшилася з 2,6 % до 6,0 %, що пов'язано з руйнуванням частинок коксу.

Значення насипної густини досліджуваного сипкого вуглецевого матеріалу при надлишковому тиску 27 кПа приведені в табл. 3.5.

Таблиця 3.5. Насипна густина сипких вуглецевих матеріалів

| Матеріал | Насипна густина, кг/м ³ |
|---------------------------------|------------------------------------|
| Багатокомпонентна шихта | 860 |
| Сирий коксовий дріб'язок | 680 |
| Графітований коксовий дріб'язок | 590 |

Зведені результати дослідження коефіцієнта теплопровідності сумішей сирого та графітованого коксового дріб'язку з процентними співвідношеннями, відповідно, 100/0, 75/25, 50/50, 25/75, 0/100 та багатокомпонентної шихти, використаної в печах графітування, наведено на рис. 3.8.

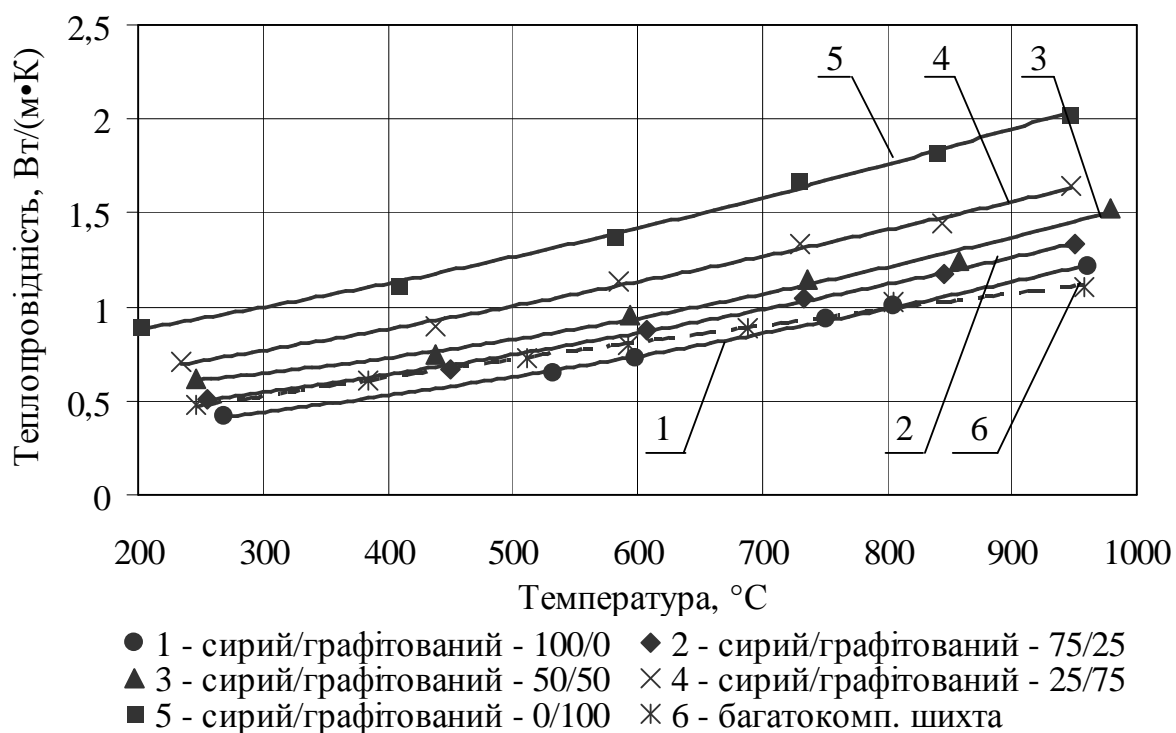


Рис. 3.8. Коефіцієнт теплопровідності різних співвідношень суміші сирого та графітованого коксового дріб'язку і багатокомпонентної шихти

Як видно з рис. 3.8, однокомпонентна шихта, що складається повністю з сирого коксового дріб'язку, має найкращі теплоізоляційні властивості в діапазоні температури до 800 °C. Коефіцієнт теплопровідності коксового дріб'язку при температурі 250 °C становить 0,4 Вт/(м·К). Збільшення частки графітованого матеріалу на кожні 25 % збільшує коефіцієнт теплопровідності суміші на 10–20 % [118] (у середньому за всіма вимірами – на 15 %). Графітована однокомпонентна шихта за тієї ж температури має значення коефіцієнта теплопровідності 0,9 Вт/(м·К). При температурі 950 °C значення коефіцієнта теплопровідності сирого та графітованого коксового дріб'язку становлять, відповідно, 1,2 Вт/(м·К) і 2 Вт/(м·К). З

результатів вимірювання (див. рис. 3.8) видно, що значення коефіцієнта теплопровідності сирого коксового дріб'язку та багатокомпонентної теплоізоляційної шихти майже збігаються. При цьому для сирого коксового дріб'язку до 750 °С характерне нижче значення коефіцієнта теплопровідності порівняно з коефіцієнтом теплопровідності теплоізоляційної шихти, а після 750 °С – навпаки. Це можна пояснити наявністю в багатокомпонентній шихті значної частки (50 %) фракції 0–0,5 мм, яка заповнює повітряні порожнини, що за низької температури забезпечує передачу теплоти переважно за допомогою теплопровідності, і навпаки, наявність у сирому коксовому дріб'язку фракції 0–0,5 мм з часткою 25 % спричинює появу порожнин, що за низької температури приводить до зниження коефіцієнта теплопровідності матеріалу. Зі збільшенням температури в дисперсному матеріалі з більш пористою структурою зростає внесок випромінювання, а тому коефіцієнт теплопровідності сирого коксу після 750 °С перевищує коефіцієнт теплопровідності багатокомпонентної теплоізоляційної шихти. Щодо матеріалу дослідження – графітованого коксового дріб'язку, то високе значення його коефіцієнта теплопровідності значною мірою визначається зміненою структурою після високотемпературної обробки [119].

3.2.3. Дослідження теплопровідності сирого та графітованого коксу різних фракцій

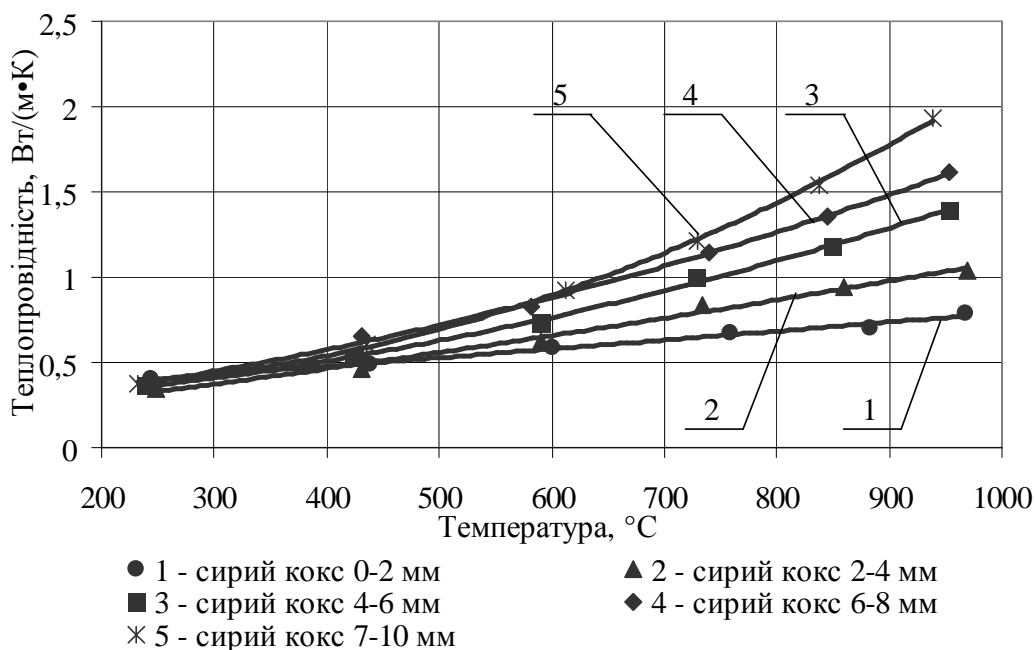
Як відомо, характер температурної залежності коефіцієнта ефективної теплопровідності сипкого матеріалу визначається розмірами частинок. Тому для встановлення закономірностей коефіцієнта теплопровідності в діапазоні температури 200–1000 °С було вибрано сирий і графітований коксовий дріб'язок до 10 мм. Для дослідів був використаний матеріал фракціями: до 2 мм, 2–4 мм, 4–6 мм, 6–8 мм. Для сирого коксового дріб'язку також розглянута фракція 7–10 мм. Вимірювання коефіцієнта теплопровідності було здійснено на шести температурних рівнях зі значеннями насипної густини досліджуваного матеріалу [120], які відповідають умовам застосування його в печах графітування як теплоізоляції при тиску 27 кПа (табл. 3.6). Результати вимірювань сирого коксового дріб'язку приведені на графіках (рис. 3.9).

Таблиця 3.6. Густина сирого і графітованого коксу різного фракційного складу

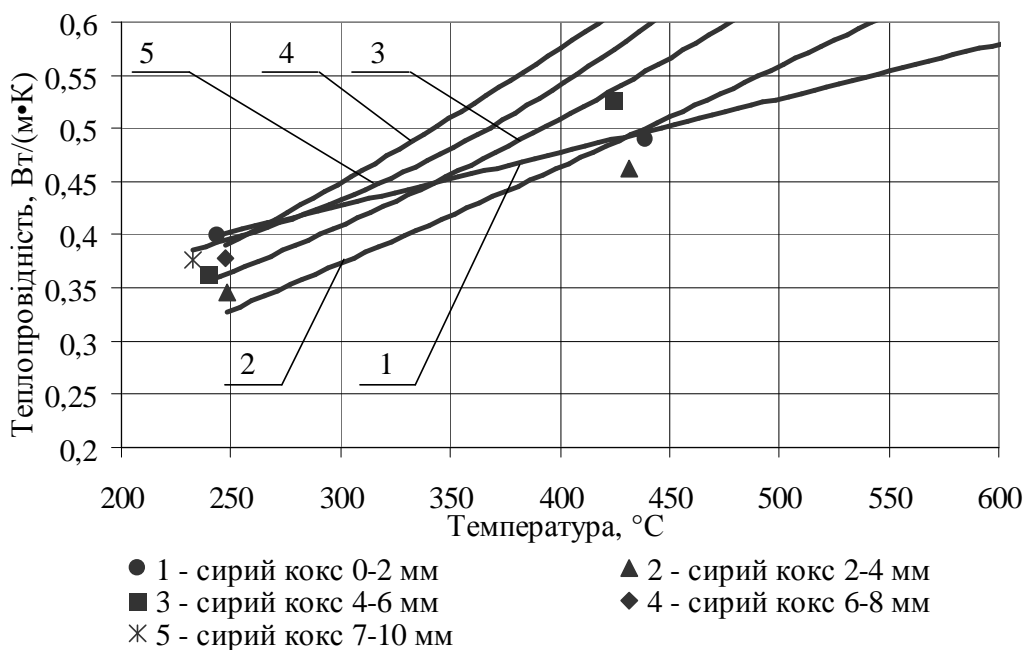
| Фракція, мм | Насипна густина, кг/м ³ | |
|-------------|------------------------------------|---------------------------------|
| | Сирий коксовий дріб'язок | Графітований коксовий дріб'язок |
| менше 2 | 740 | 730 |
| 2 – 4 | 590 | 540 |
| 4 – 6 | 490 | 560 |
| 6 – 8 | 500 | 560 |
| 7 – 10 | 430 | – |

За температури 250 °С найбільше значення коефіцієнта ефективної теплопровідності має фракція 0–2 мм. З ростом температури коефіцієнт ефективної теплопровідності коксового дріб'язку зростає і при 940 °С у фракції 7–10 мм майже у 2,5 рази вищий ніж у фракції 0–2 мм за температури 970 °С [121].

Проведені дослідження показали, що зі збільшенням розмірів частинок міжчастинковий простір зернистої системи зростає (рис. 3.10). Збільшення коефіцієнта ефективної теплопровідності залежно від температури і розмірів фракцій пов'язане не тільки зі зменшенням контактного опору між частинками і збільшенням внеску теплопровідності матеріалу частинок, але і завдяки збільшенню частки теплоти, яка переноситься випромінюванням у проміжках між частинками зернистої системи. Для досліджуваного сирого коксового дріб'язку фракцією 0–2 мм проведено ситовий аналіз (табл. 3.7), що показав значний вміст порошкоподібної фракції [122].



a



б

Рис. 3.9. Коефіцієнт теплопровідності сирого коксового дріб'язку різних фракцій

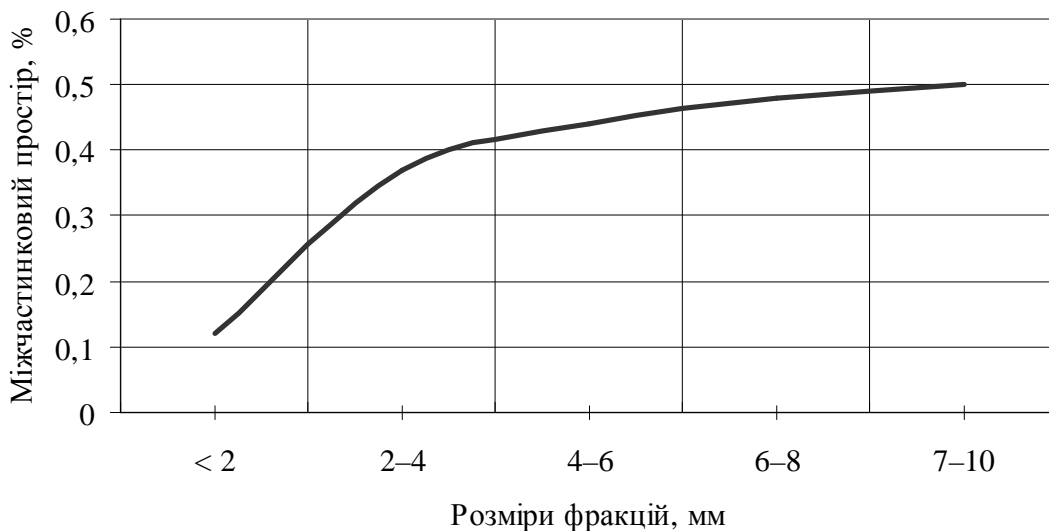


Рис. 3.10. Зміна об'ємної частки повітряного простору між частинками досліджуваного сирого коксового дріб'язку

Таблиця 3.7. Гранулометричний склад сирого коксового дріб'язку фракцією 0–2 мм

| Фракція, мм | 1–2 | 0,5–1 | 0,35–0,5 | менше 0,35 |
|-------------|------|-------|----------|------------|
| Вміст, % | 32,8 | 33,3 | 11,4 | 22,5 |

Температурну залежність коефіцієнта теплопровідності також отримано для сирого коксового дріб'язку гранулометричним складом 0–5 мм і порівняно з фракцією 0–10 мм наведено на рис. 3.11, з якого видно, що коефіцієнт ефективної теплопровідності зазначених фракцій за температури близько 250 °С майже однаковий, що обумовлено значним вмістом дрібних фракцій, а близько 1000 °С матеріал фракції 0–5 мм має зазначений коефіцієнт майже у 1,25 рази нижчий від значення для фракції 0–10 мм.

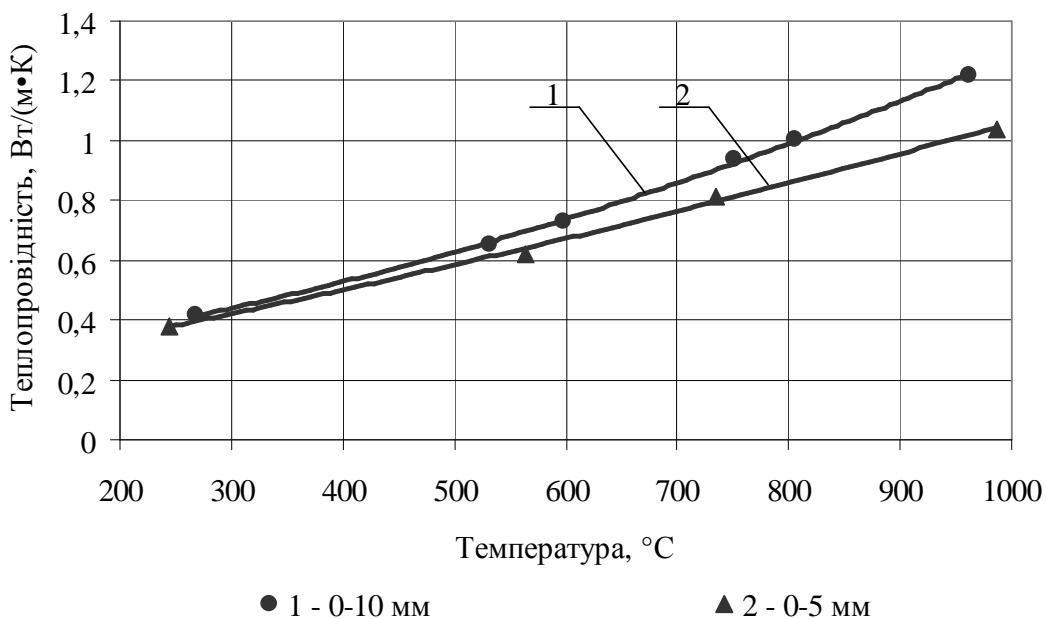
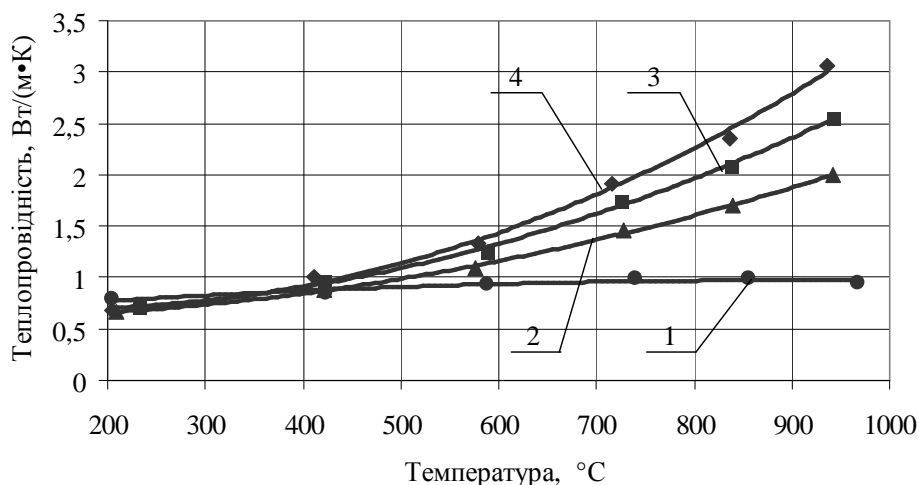


Рис. 3.11. Коефіцієнт теплопровідності сирого коксу 0–5 мм та 0–10 мм

Графітований коксовий дріб'язок – це матеріал сирого коксового дріб'язку, що пройшов високотемпературну обробку (вище 2300 °С).

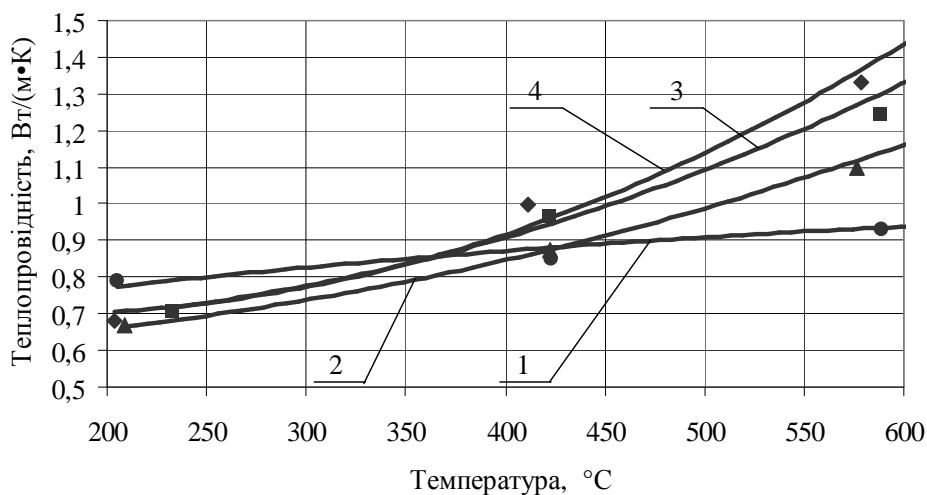
Вимірювання коефіцієнта теплопровідності графітованого коксового дріб'язку проведені для фракцій, мм: 0–2; 2–4; 4–6 і 6–8 [123].

На рис. 3.12 наведено результати вимірювання коефіцієнта теплопровідності, який у діапазоні температури 210–230 °С для різних фракцій змінюється від 0,67 Вт/(м·К) до 0,78 Вт/(м·К), причому найвище значення належить фракції 0–2 мм. За температури близько 950 °С найбільше значення коефіцієнта теплопровідності у фракції 6–8 мм, яке становить 3,05 Вт/(м·К), а найменше – у фракції 0–2 мм – 0,95 Вт/(м·К). При цьому фракція 0–2 мм містить значну частку (майже 54 %) матеріалу розміром менше 0,5 мм (табл. 3.8).



- 1 - графітований кокс 0-2 мм ▲ 2 - графітований кокс 2-4 мм
- 3 - графітований кокс 4-6 мм ◆ 4 - графітований кокс 6-8 мм

а



- 1 - графітований кокс 0-2 мм ▲ 2 - графітований кокс 2-4 мм
- 3 - графітований кокс 4-6 мм ◆ 4 - графітований кокс 6-8 мм

б

Рис. 3.12. Коефіцієнт теплопровідності графітованого коксу для різних фракцій

Таблиця 3.8. Гранулометричний склад графітованого коксу фракцією 0–2 мм

| Фракція, мм | 1–2 | 0,5–1 | 0,35–0,5 | менше 0,35 |
|-------------|------|-------|----------|------------|
| Вміст, % | 25,5 | 21,1 | 10,4 | 43 |

Залежність коефіцієнта теплопровідності графітованого матеріалу фракцією 0–2 мм за температури 600–1000 °С потребує додаткового дослідження для різної насипної густини 600–750 кг/м³ (рис. 3.13). Найбільш низький коефіцієнт теплопровідності зі значенням 0,69 Вт/(м·К) спостерігається за насипної густини 600 кг/м³ і температури 215 °С. Подальше ущільнення до 750 кг/м³ спричинює зростання коефіцієнта теплопровідності сипкого матеріалу до 0,92 Вт/(м·К). Для матеріалу з насипною густиною 730 кг/м³ і 750 кг/м³ отримано графічні залежності коефіцієнта теплопровідності для діапазону температури до 850 °С, оскільки за вищої температури спостерігалися викиди точок у бік нижчих значень коефіцієнта теплопровідності. Найвище значення коефіцієнта теплопровідності у графітованого матеріалу за насипної густини 750 кг/м³ становить 1,16 Вт/(м·К) за температури 850 °С.

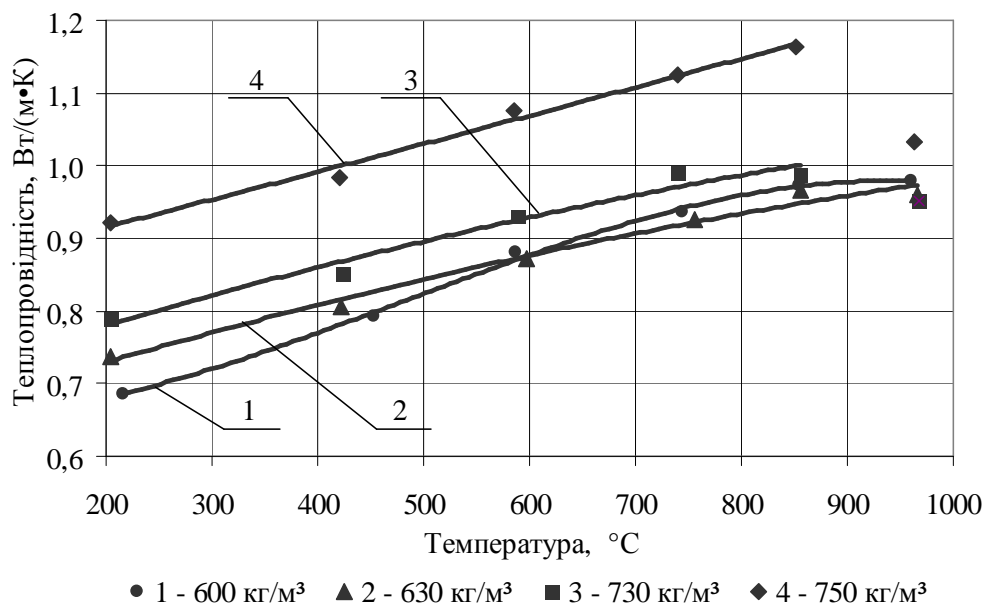


Рис. 3.13. Коефіцієнт теплопровідності графітованого коксового дріб'язку фракцією менше 2 мм різної насипної густини

Криві на рис. 3.13 зі збільшенням насипної густини мають зміщений характер у бік збільшення коефіцієнта теплопровідності, що можна пояснити зменшенням термічного опору між частинками графітованого коксового дріб'язку завдяки збільшенню кількості нових контактів між ними внаслідок ущільнення. Криві розміщені майже еквідистантно, тому можна вважати, що радіаційна складова коефіцієнта теплопровідності практично відсутня і зміна коефіцієнта теплопровідності визначається передусім механізмом переносу енергії власне матеріалу.

У результаті проведення дослідів для насипної густини 520 кг/м³ (вільна засипка) фракції 6–8 мм графітованого коксового дріб'язку отримана крива (рис. 3.14, крива 1), яка за високої температури має зміщений характер в сторону вищого коефіцієнта теплопровідності.

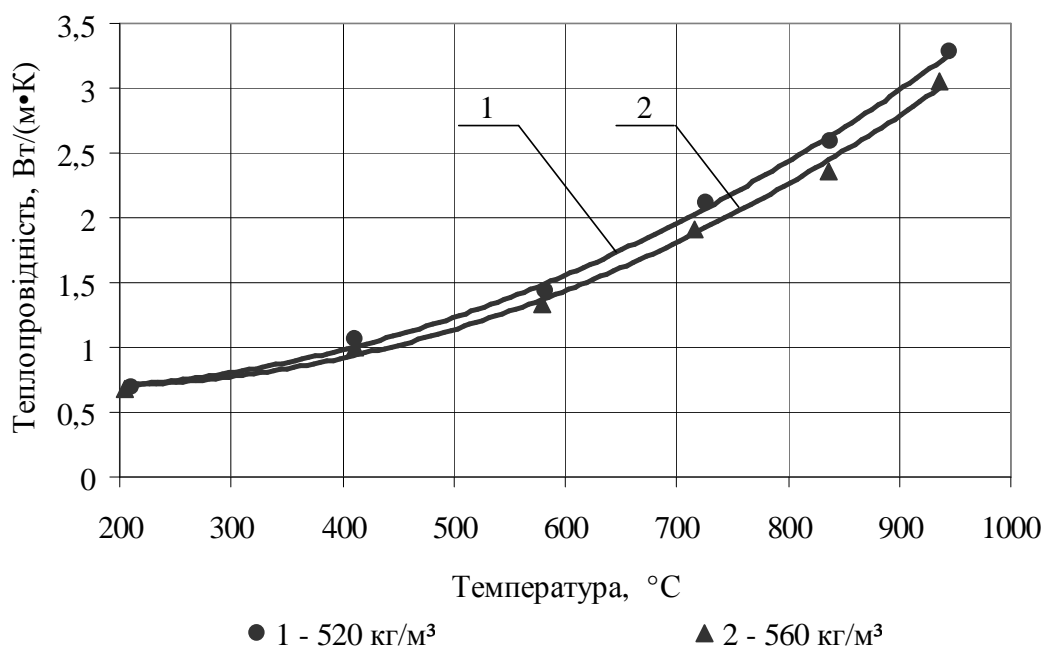


Рис. 3.14. Коефіцієнт теплопровідності графітованого коксового дріб'язку фракцією 6–8 мм насипною густиною 520 кг/м³ та 560 кг/м³

За температури 204 °C та 210 °C і насипної густини 520 кг/м³ та 560 кг/м³ коефіцієнт теплопровідності коксового дріб'язку майже однаковий і становить 0,68 Вт/(м·К) та 0,69 Вт/(м·К), відповідно. Ущільнення засипки графітованого коксового дріб'язку фракцією 6–8 мм за температури 940 °C характеризується зміною значення коефіцієнта теплопровідності від 3,28 Вт/(м·К) до 3,05 Вт/(м·К).

Потрібно також зазначити, що на рис. 3.13, 3.14 зі збільшенням насипної густини проявляються різні механізми теплопровідності. При ущільненні фракції 0–2 мм відбувається збільшення коефіцієнта теплопровідності передусім завдяки збільшенню кількості контактів між частинками, оскільки дрібна фракція характеризується найкращим укладанням. Зменшення проміжків між частинками зменшує радіаційну складову коефіцієнта теплопровідності. Зростання насипної густини матеріалу з фракцією 6–8 мм приводить до зменшення коефіцієнта ефективної теплопровідності, що пов'язано з незначним збільшенням кількості контактів між частинками поряд з визначальним зменшенням міжчастинкового простору. Як видно з рис. 3.14, зростання насипної густини матеріалу фракцією 6–8 мм приводить до зменшення в ньому радіаційної складової коефіцієнта теплопровідності внаслідок ущільнення сипкого матеріалу, що помітно особливо за високої температури.

Графітований коксовий дріб'язок для відповідних фракцій (крім фракції 0–2 мм) має майже удвічі вищий коефіцієнт теплопровідності ніж у сирого матеріалу. Низьке значення коефіцієнтів теплопровідності для сирого та графітованого матеріалу фракцією до 2 мм визначається передусім контактними термічними опорами між частинками. У подальшому можна з достатньою точністю створювати шихту різного фракційного складу для застосування її як теплоізоляції.

На основі експериментальних досліджень коксового дріб'язку здійснено РЦКП теплопровідності сирого та графітованого матеріалу та отримано кореляційні залежності:

– сирий кокс фракції 1–7 мм у діапазоні температур 200–1000 °С ($R^2=0,96$)

$$\lambda = 0,458 - 3,52 \cdot 10^{-4} t - 0,063d + 2,08 \cdot 10^{-4} td + 6,08 \cdot 10^{-7} t^2; \quad (3.2)$$

– графітований кокс фракції 2–7 мм у діапазоні температур 300–1000 °С ($R^2=0,92$)

$$\lambda = 1,348 - 2,18 \cdot 10^{-3} t - 0,165d + 4,8 \cdot 10^{-4} td + 2 \cdot 10^{-6} t^2; \quad (3.3)$$

– суміш сирого та графітованого коксу (2–6 мм, 400–1000 °С) ($R^2=0,8$)

$$\lambda = 0,756 - 9,9 \cdot 10^{-4} t - 0,114d - 5,2 \cdot 10^{-4} g + 6,7 \cdot 10^{-7} t^2 + 3 \cdot 10^{-4} td + 9,9 \cdot 10^{-6} tg, \quad (3.4)$$

де t – температура, °С; d – середній розмір фракції, мм; g – вміст графітованого матеріалу в суміші, %.

При цьому відносна похибка рівняння регресії не перевищує 20 % для всього діапазону величин, що задаються.

3.3. Результати дослідження питомого електричного опору вуглецевих матеріалів

3.3.1. Особливості вимірювання питомого електричного опору сипких вуглецевих матеріалів

У вуглецевих сипких електропровідних матеріалах питомий електричний опір значною мірою визначається контактами між частинками [89]. Саме ця особливість представляє значну складність вимірювання ПЕО сипких вуглецевих матеріалів. Тиск помітно впливає на електричні властивості зернистих і порошкових систем [22]. Проведені вимірювання демонструють залежність питомого електричного опору кам'яновугільного коксу від прикладеного тиску для гранулометричної фракції менше 10 мм (див. табл. 3.1) за кімнатної температури (рис. 3.15).

При підвищенні тиску до 37 кПа питомий електричний опір коксу зменшується від 50000 Ом·мм²/м до 13000 Ом·мм²/м і асимптотично прямує до сталого значення. Такий характер кривої (див. рис. 3.15) можна пояснити ущільненням зернистих і порошкоподібних частинок. При збільшенні тиску контакт між частинками починає деформуватися і в стик вступають інші ділянки поверхонь частинок, що приводить до збільшення площі контакту та зменшення його електричного опору [124].

Дослідження впливу тиску та температури на ПЕО (рис. 3.16, 3.17) для термообробленого коксу (після нагрівання до 800 °С) проведені на фракції матеріалу 4–6 мм

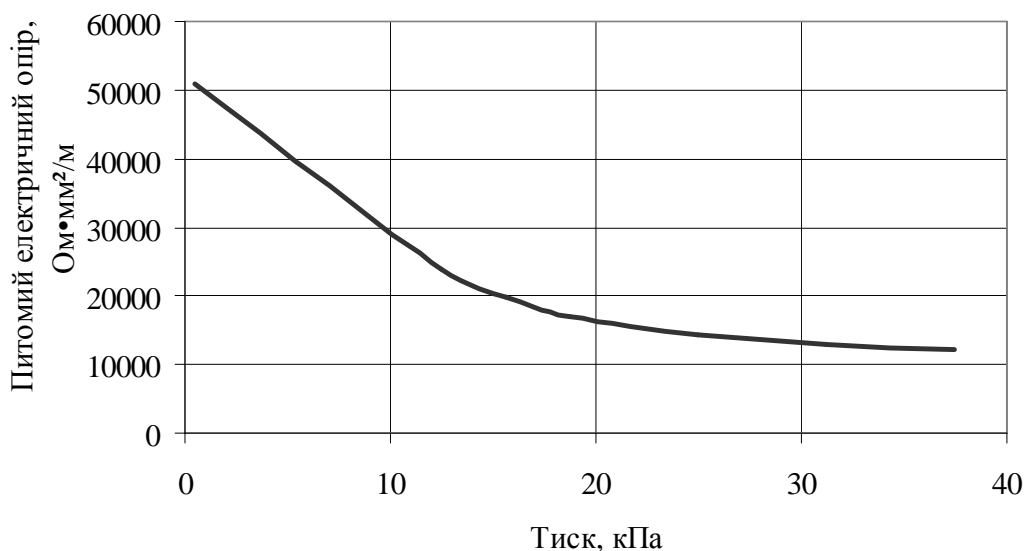


Рис. 3.15. Графік залежності питомого електричного опору кам'яновугільного коксу від прикладеного тиску

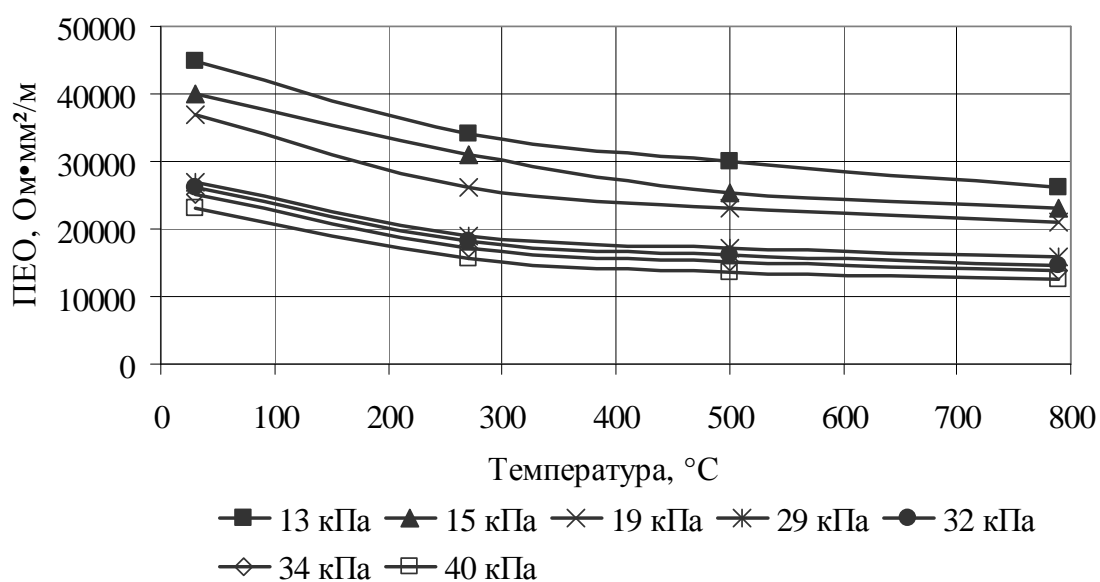


Рис. 3.16. Залежність ПЕО коксу фракції 4–6 мм за різного тиску

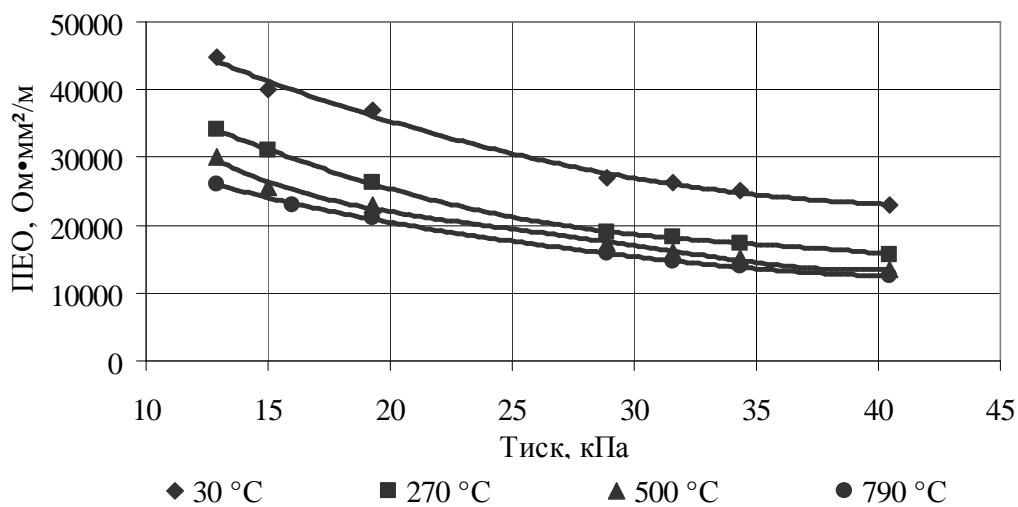


Рис. 3.17. Залежність ПЕО коксу фракції 4–6 мм від тиску та температури для температурного діапазону 30–800 °C та тиску 13–40 кПа

За низького тиску між частинками та на межі контакту засипка–електрод існує незначний контакт, що призводить до непередбачуваних результатів, тому для подальшого встановлення закономірностей ПЕО розглядався діапазон тиску 13–40 кПа.

На основі експериментальних значень ПЕО сухого коксу різного фракційного складу 0–10 мм (вміст фракції 0–1 мм не більше 25 %) у діапазоні температури до 800 °С отримано вираз для коефіцієнта перерахунку у вигляді полінома другого степеня

$$k_p = 1,454 - 0,001t - 0,0435p + 5,649 \cdot 10^{-7}t^2 + 8,441 \cdot 10^{-6}tp + 0,0005p^2. \quad (3.5)$$

Отримана залежність дає змогу здійснити перерахунок відомого значення ПЕО сухого коксу, виміряного для тиску 13 кПа та температури 30 °С, на значення ПЕО для необхідного значення тиску та температури з відхиленням від експериментальних значень не більше 20 %.

Відтворюваність результатів вимірювання була визначена на основі нагрівання сирого коксового дріб'язку. Результати трьох серій вимірів для одного складу матеріалу (див. табл. 3.2) приведені на рис. 3.18. Серія дослідів показала відтворюваність результатів вимірювання ПЕО коксу на рівні 6 %.

Результати ПЕО багатокомпонентної шихти в діапазоні температури до 1000 °С приведені на рис. 3.19. Загальна характеристика досліджуваної багатокомпонентної шихти наведена в підрозділі 3.2 (див. табл. 3.3).

З рис. 3.19 видно, що:

- у діапазоні температури від 35 °С до 400 °С спостерігалася немонотонна зміна ПЕО від 303 кОм·мм²/м до 340 кОм·мм²/м;
- у діапазоні температури від 400 °С до 800 °С відбувається стрімке зменшення ПЕО до 50 кОм·мм²/м;
- за більш високої температури значення ПЕО майже не змінюються.

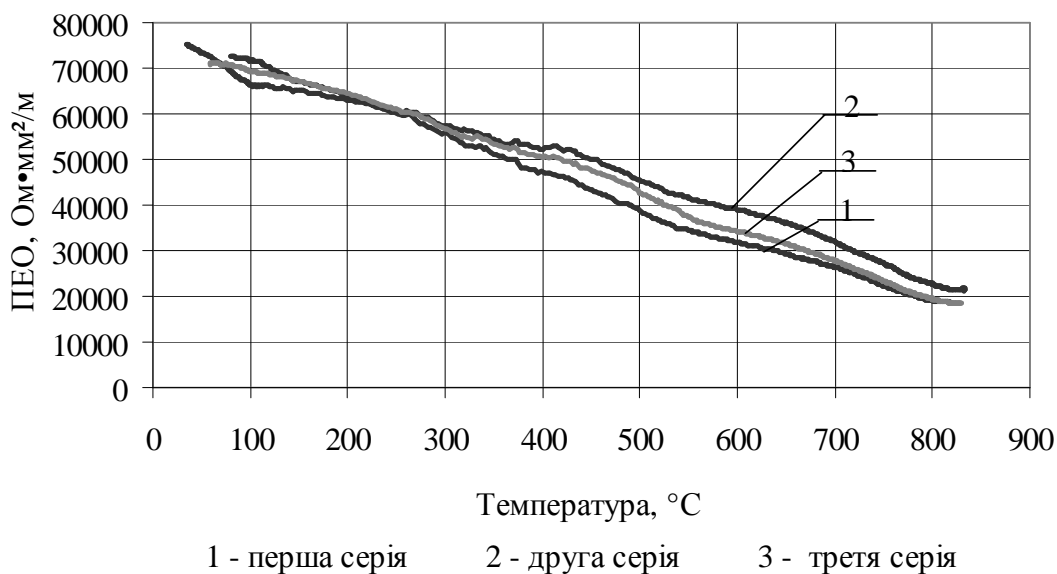


Рис. 3.18. Серія вимірів ПЕО сирого коксового дріб'язку

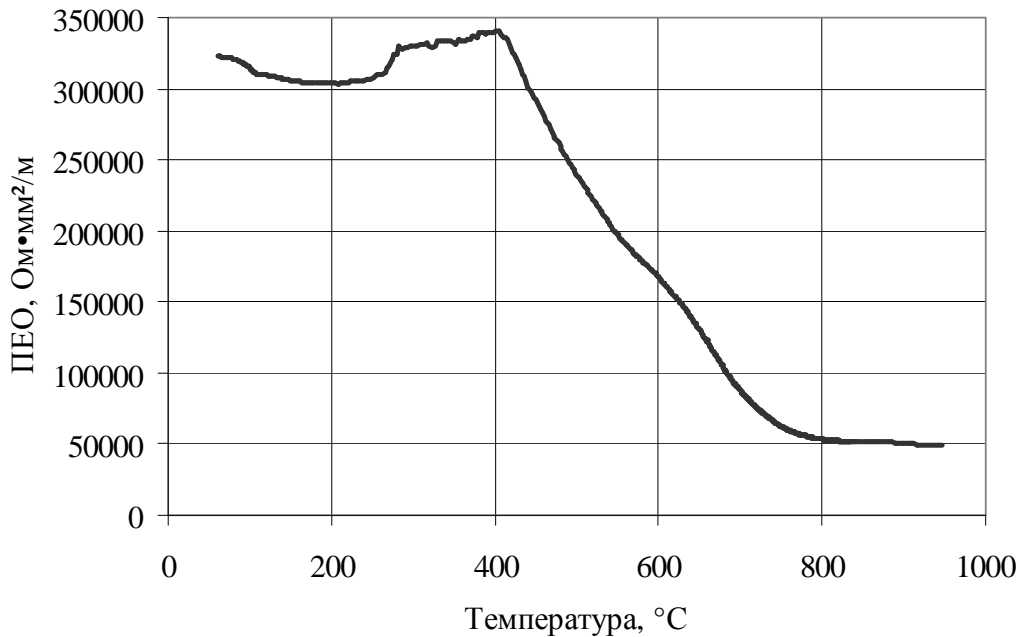


Рис. 3.19. Залежність ПЕО від температури для багатокомпонентної шихти

Для аналізу отриманих даних на тому ж матеріалі проведені додаткові вимірювання при нагріванні та охолодженні матеріалу (рис. 3.20). На графіках (див. рис. 3.19, 3.20) за температури 250–400 °С спостерігається збільшення ПЕО, що пов'язано з виходом летких і піролізом, що приводить до збільшення електричного опору між частинками. При охолодженні матеріалу отримані значення ПЕО (див. рис. 3.20), значно нижчі, ніж при нагріванні. За повторного нагрівання значення ПЕО спочатку зростають, а потім починають знижуватися, наближаючись до кривої первинного нагрівання. За температури 550 °С криві ПЕО для багатокомпонентної шихти при першому та повторному нагріванні перетинаються і далі йдуть еквідистантно. За температури понад 600 °С при повторному нагріванні значення ПЕО майже на 25 кОм·мм²/м (15 %) більше, ніж при попередньому.

Вимірювання, що проведені на сирому коксовому дріб'язку (див. табл. 3.2) із циклічним нагріванням та охолодженням вимірювальної комірки, дали результати з подібним характером, як у багатокомпонентної шихти (рис. 3.21).

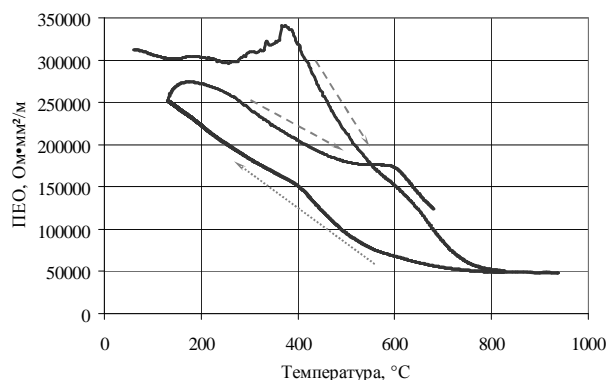


Рис. 3.20. ПЕО багатокомпонентної шихти в циклі нагрівання–охолодження–нагрівання

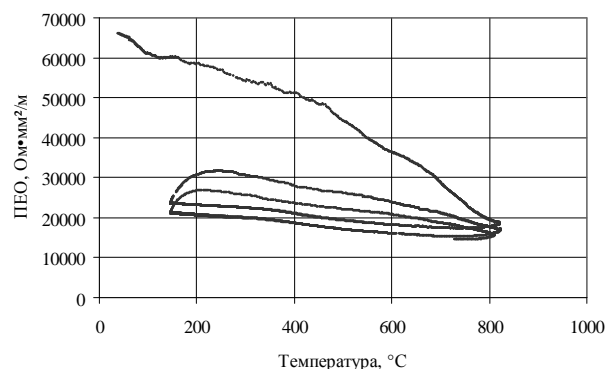


Рис. 3.21. ПЕО коксового дріб'язку в циклі нагрівання–охолодження–нагрівання

Як видно з рис. 3.20, 3.21 при нагріванні та охолодженні матеріалу спостерігається гістерезис. Значення ПЕО при нагріванні вищі, ніж при охолодженні і при першому нагріванні значення ПЕО вищі, ніж при наступних. Це пов'язано з ущільненням матеріалу, що підтверджується зменшенням його об'єму у вимірвальній комірці на 6 %. Водночас потрібно відмітити залишкове підвищення електропровідності досліджуваного матеріалу з кожним наступним високотемпературним нагрівом.

3.3.2. Дослідження ПЕО сумішей сирого та графітованого коксу

Для дослідження питомого електричного опору були вибрані матеріали, які представляють значний практичний інтерес для технологічних процесів у печах графітування як високотемпературна теплоізоляція: коксовий дріб'язок, багатокомпонентна теплоізоляційна шихта [115, 125, 126].

Питомий електричний опір сипких вуглецевих матеріалів впливає на рівномірність розподілу температури та електричного струму в печі графітування, що у свою чергу впливає на якість одержуваної продукції. Це спричинює необхідність дослідження характеру поведінки ПЕО сумішей однокомпонентної шихти різних співвідношень сирого та графітованого коксового дріб'язку фракційним складом 0–10 мм у температурному діапазоні 20–1000 °С [127].

Вимірювання питомого електричного опору вуглецевих матеріалів проведено при тиску 27 кПа, що відповідає технологічним умовам у печах графітування. На рис. 3.22 і 3.23 наведено зведені результати вимірювання для багатокомпонентної теплоізоляційної шихти і однокомпонентної шихти сирого та графітованого коксового дріб'язку в процентному співвідношенні, відповідно: 100/0, 75/25, 50/50, 25/75, 0/100. Високе значення ПЕО багатокомпонентної шихти, незважаючи на її вміст графітованого коксу, зв'язане з наявністю в ній піску і великої кількості дрібних фракцій. Найбільше значення ПЕО серед розглянутих варіантів однокомпонентної шихти належить сирому коксовому дріб'язку. Початкове значення ПЕО не перевищує 70 кОм·мм²/м. З ростом температури спостерігається монотонне зменшення електричного опору, що при температурі 900 °С стає менше 17 кОм·мм²/м. У температурному діапазоні від 100 до 650 °С залежність ПЕО від температури добре описується прямою, але при температурі вище 650 °С апроксимуюча крива набуває асимптотичного характеру. Зазначена тенденція зберігається для всіх сумішей однокомпонентної шихти.

Наявність в однокомпонентній шихті 25 % графітованого коксового дріб'язку (суміш сирого та графітованого коксу – 75:25) знижує значення ПЕО у 2,1–3,0 рази на всьому досліджуваному температурному діапазоні. При температурі вище 900 °С значення ПЕО стають меншими 7 кОм·мм²/м. Кожне збільшення частки графітованого коксового дріб'язку на 25 % приводить до зменшення ПЕО однокомпонентної шихти у 2–3 рази [128].

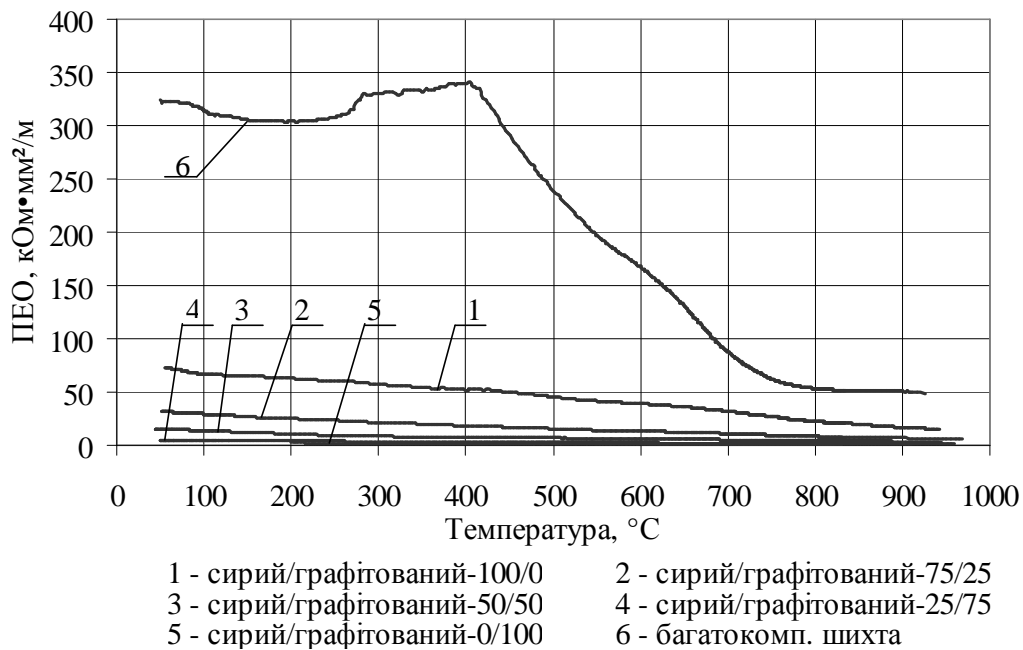


Рис. 3.22. Зведені графіки результатів вимірювання ПЕО однокомпонентної шихти та багатокомпонентної теплоізоляційної шихти

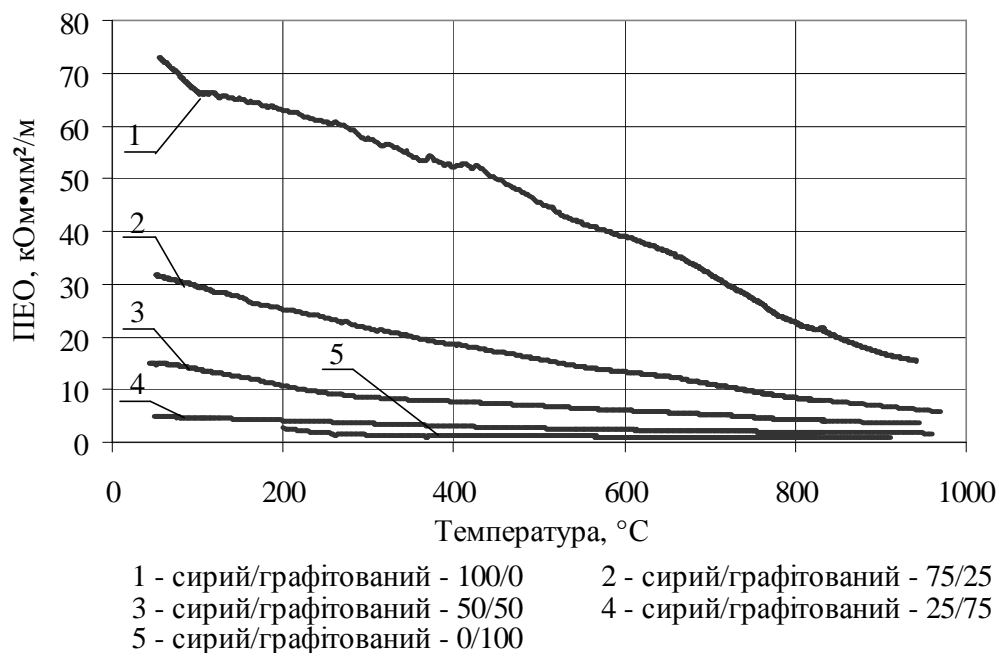


Рис. 3.23. Зведені графіки результатів вимірювання ПЕО однокомпонентної шихти різних співвідношень сирого та графітованого коксового дріб'язку

Характер отриманих кривих обумовлений неперервним ущільненням гранул матеріалу в процесі нагрівання внаслідок переукладання частинок, спричиненого їхнім термічним розширенням. Ущільнення зернистих та порошкових систем збільшує кількість контактуючих частинок в одиниці об'єму і площу контакту між ними, що знижує питомий електричний опір сипких вуглецевих матеріалів у всьому досліджуваному температурному діапазоні. Температурна залежність питомого електричного опору сипких вуглецевих матеріалів визначається передусім збільшенням істинної площі контактування частинок при нагріванні.

3.3.3. Дослідження ПЕО сирого та графітованого коксу різних фракцій

Проведені дослідження на сирому та графітованому кам'яновугільному коксі фракційним складом 0–2; 2–4; 4–6 і 6–8 мм дають змогу оцінити вплив розміру частинок на питомий електричний опір залежно від температури.

З результатів вимірювань видно (рис. 3.24), що за кімнатної температури найвищий питомий електричний опір ($700 \text{ кОм}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$) має сирий коксовий дріб'язок розміром частинок 0–2 мм, а найменший ($48 \text{ кОм}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$) – розміром частинок 6–8 мм.

Вище зазначалося, що найбільший вплив на значення і температурну залежність питомого електроопору зернистих систем та порошків з вуглецевих матеріалів проявляє розмір частинок, точніше – контактний електричний опір.

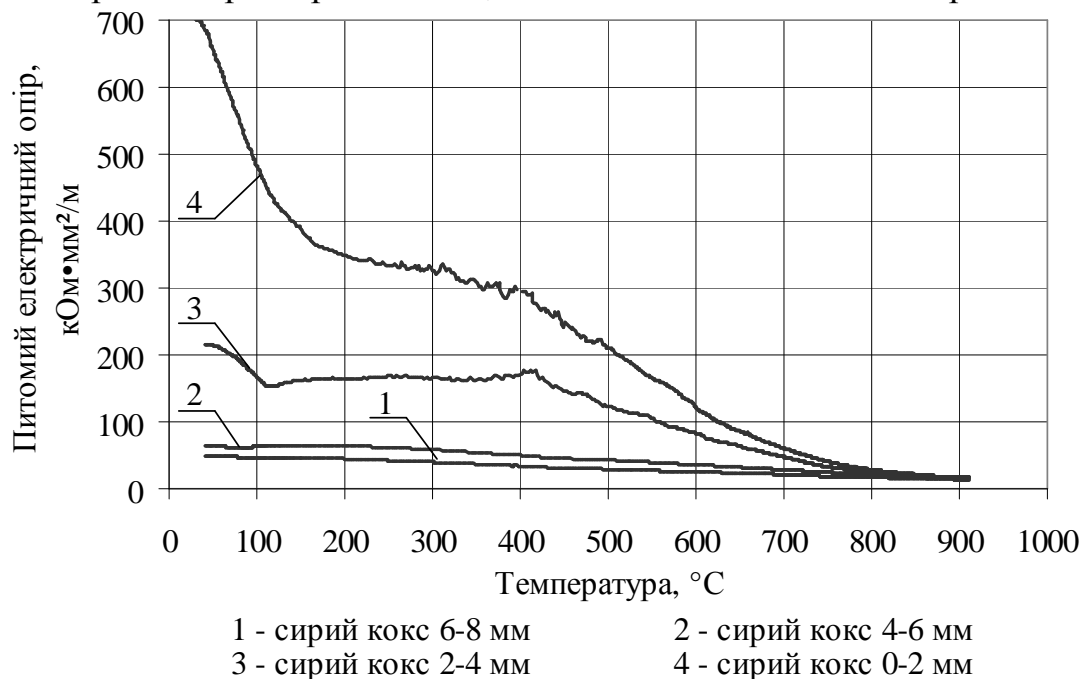


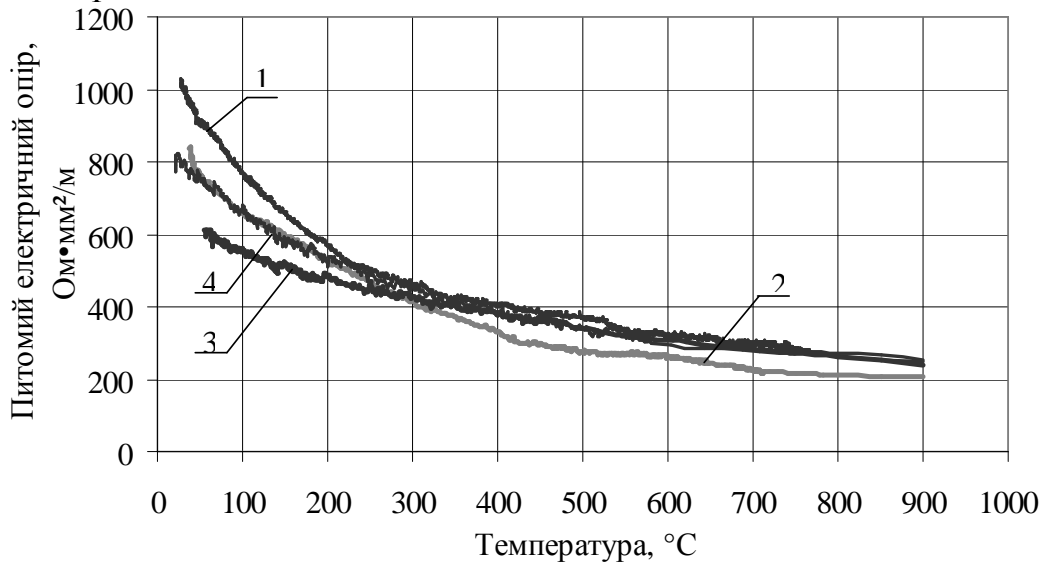
Рис. 3.24. Температурна залежність ПЕО сирого коксу різного фракційного складу

Найбільші значення питомого електричного опору мають порошкоподібні системи з великою кількістю контактів між частинками, що характерно для фракції 0–2 мм. При зростанні розмірів частинок коксового дріб'язку до 8 мм вплив електричних властивостей матеріалу стає сумірним з контактним електроопором. З ростом температури ПЕО досліджуваного коксового дріб'язку різного фракційного складу зменшується до значень 13,9–16,5 $\text{кОм}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$ за температури 910 °C, причому після 800 °C відповідні криві набувають більш пологого характеру [129].

Вимірювання ПЕО графітованого коксового дріб'язку були проведені в температурному діапазоні до 900 °C (рис. 3.25).

Результати вимірювань показують, що за температури 50 °C значення ПЕО зменшуються від $900 \text{ Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$ до $600 \text{ Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$ зі зростанням розмірів частинок до 6 мм, водночас для фракції 6–8 мм є характерним стрибок у значенні, що має наближене значення до фракції 2–4 мм. Це можна пояснити

малою кількістю електричних контактів між частинками гранул. При нагріванні матеріалу до 900 °С значення ПЕО для усіх фракцій лежить у межах 205–260 Ом·мм²/м, причому найнижче значення відповідає фракції 2–4 мм. Графітований кокс має високу електропровідність завдяки структурі матеріалу, тому отримані криві ПЕО перетинаються між собою і перебувають у межах похибки вимірювання.



1 - графітований кокс 0-2мм 2 - графітований кокс 2-4мм
 3 - графітований кокс 4-6мм 4 - графітований кокс 6-8мм

Рис. 3.25. Температурна залежність питомого електричного опору графітованого коксового дріб'язку різного фракційного складу

3.4. Кореляційний зв'язок між коефіцієнтом теплопровідності та питомим електричним опором

Важливість встановлення кореляційного зв'язку між коефіцієнтом теплопровідності та питомим електричним опором полягає в можливості отримувати одну з шуканих властивостей на основі відомого значення іншої. Для оперативності оцінки теплопровідності підготовленої шихти у виробничих умовах зручно використовувати нетривале вимірювання ПЕО, по результатах якого розраховувати коефіцієнт теплопровідності.

Відомо, що в металах існує взаємний зв'язок між електропровідністю та коефіцієнтом теплопровідності, який пояснюється тим, що ці властивості передусім обумовлені рухом вільних електронів. Закон Відемана–Франца встановлює для металів відношення коефіцієнта теплопровідності до електропровідності пропорційно температурі [130, 131]. Пропорційність цього відношення термодинамічній температурі встановлюється завдяки коефіцієнту Лоренца.

Зважаючи на те, що вуглецеві матеріали за природою мають більш складний механізм переносу енергії, немає підстав очікувати такого ж простого зв'язку як у металів. У літературі є відомі дослідження [19, 132, 133] кореляційного зв'язку коефіцієнта теплопровідності і питомого електричного опору як у графітах, так і в аморфних вуглецевих матеріалах. Так на основі

значень відношення Відемана–Франца Пауел [132] показав, що кореляційний зв'язок коефіцієнта теплопровідності полікристалічних графітів та електропровідності має вигляд

$$\lambda\rho T^{-1} = 0,1229T^{-1,8}, \quad (3.6)$$

де λ – коефіцієнт теплопровідності матеріалу, Вт/(м·К); ρ – питомий електричний опір, Ом·м; T – термодинамічна температура, К.

Найбільше інформації про взаємозв'язок коефіцієнта теплопровідності і питомого електроопору можна отримати, аналізуючи добуток $\lambda\rho$ вуглецевих матеріалів залежно від температури. При дослідженні зв'язку значень коефіцієнта ефективної теплопровідності і питомого електроопору для сипкого вуглецевого матеріалу варто враховувати, що крім решіткової та електронної теплопровідності, існує контактна складова теплопровідності та електропровідність між частинками матеріалу, і радіаційна складова коефіцієнта теплопровідності в просторі між гранулами. На рис. 3.26 зіставлені температурні залежності коефіцієнта теплопровідності та електропровідності для графітованого коксу, що показує близький характер механізмів теплопровідності та електропровідності.

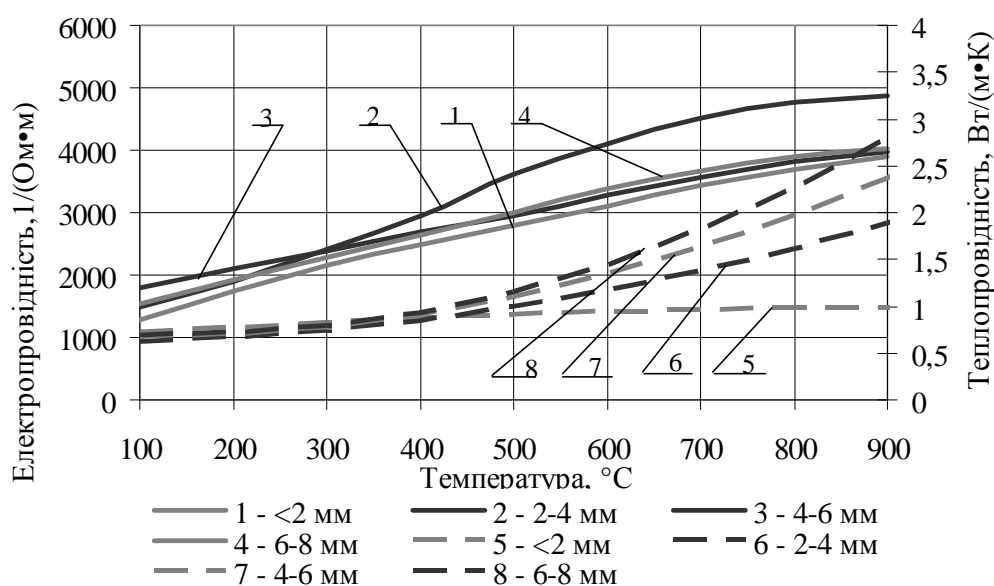


Рис. 3.26. Температурна залежність електропровідності (1–4) та коефіцієнта теплопровідності (5–8) графітованого коксового дріб'язку різного фракційного складу

Добуток $\lambda\rho$ сипкого вуглецевого матеріалу значним чином має визначатися не тільки температурою, але й розміром частинок матеріалу. Вимірювання значень питомого електроопору і коефіцієнта ефективної теплопровідності проведені для відповідної насипної густині сирого та графітованого коксу на розроблених установках у температурному діапазоні 100–1000 °С. Як дослідний матеріал було використано сирий та графітований коксовий дріб'язок. Фракційний склад досліджуваного сипкого матеріалу характеризується розмірами гранул, мм: 0–2, 2–4, 4–6, 6–8. Апроксимовані результати вимірювання коефіцієнта теплопровідності сирого і графітованого коксового дріб'язку наведено на рис. 3.27, 3.28.

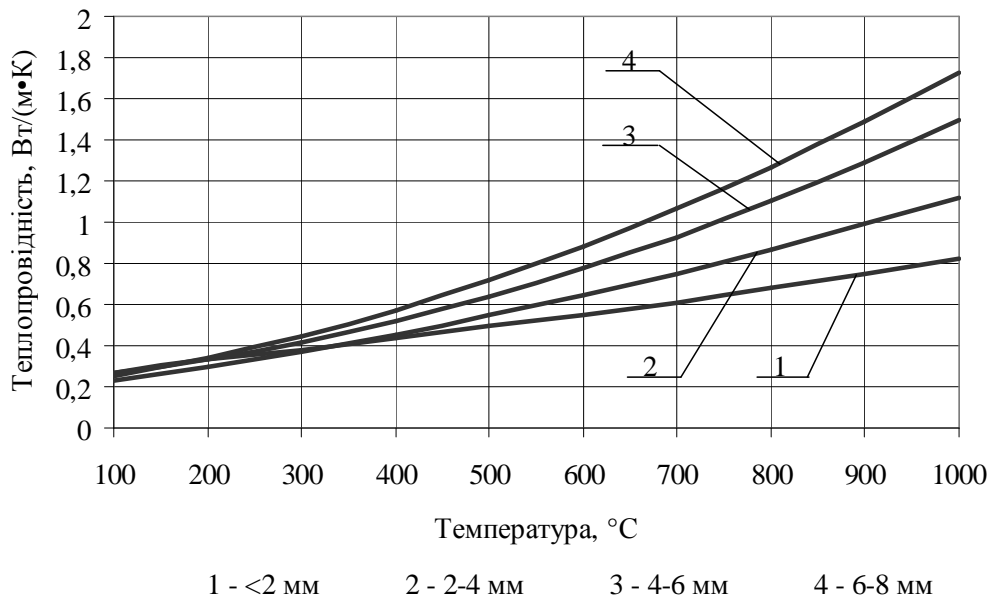


Рис. 3.27. Коефіцієнт теплопровідності сирого коксового дріб'язку

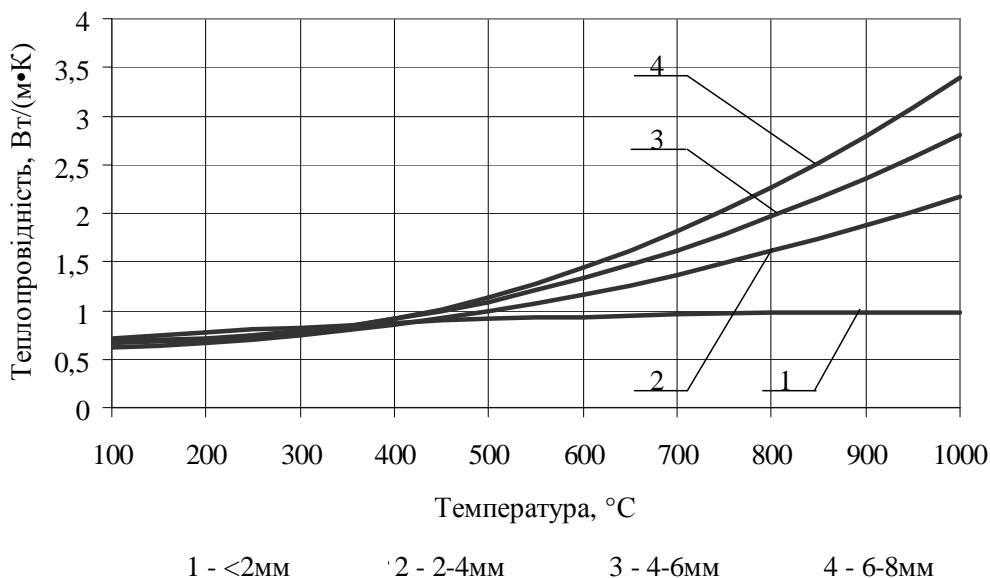
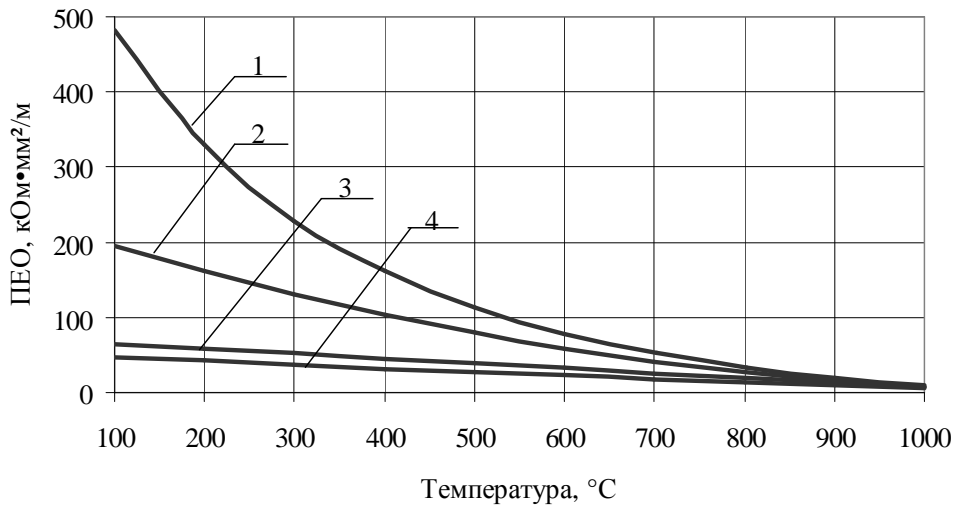


Рис. 3.28. Коефіцієнт теплопровідності графітованого коксового дріб'язку

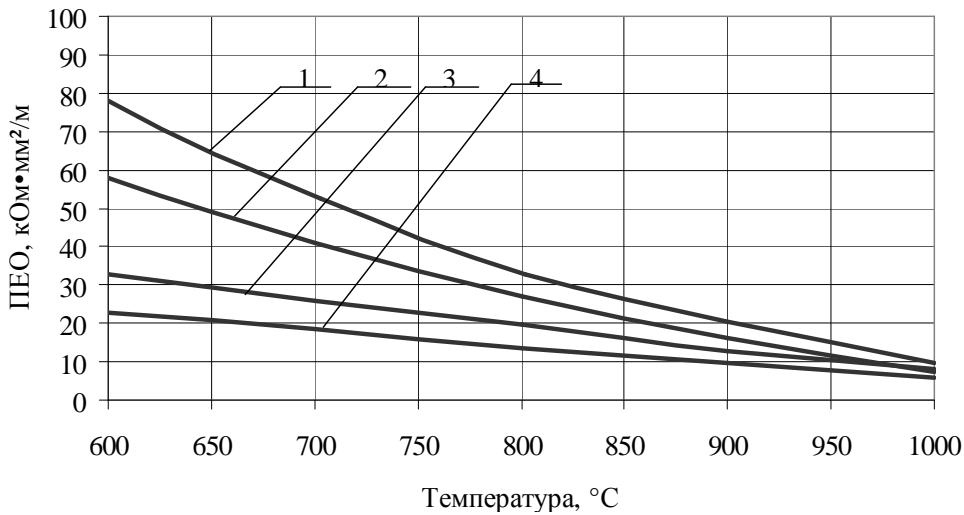
Коефіцієнт теплопровідності сирого коксового дріб'язку в діапазоні температури 100–1000 °С змінюється від 0,25 Вт/(м·К), що приблизно однаково для всіх фракцій, до 0,8 Вт/(м·К) і 1,73 Вт/(м·К), що відповідає фракціям менше 2 мм і 6–8 мм. Коефіцієнт теплопровідності графітованого матеріалу має подібний сирому матеріалу характер температурної залежності, але відрізняється кількісно. За температури 100 °С всі фракції мають приблизно однакове значення коефіцієнта теплопровідності, що становить 0,65 Вт/(м·К). За температури 1000 °С найменше значення коефіцієнта теплопровідності відповідає фракції 0–2 мм і становить 0,97 Вт/(м·К), а найбільша – фракції 6–8 мм і становить 3,39 Вт/(м·К).

Апроксимовані результати вимірювань питомого електроопору сирого і графітованого коксового дріб'язку наведено на рис. 3.29, 3.30.



1 - <2 мм 2 - 2-4 мм 3 - 4-6 мм 4 - 6-8 мм

a



1 - <2 мм 2 - 2-4 мм 3 - 4-6 мм 4 - 6-8 мм

б

Рис. 3.29. Питомий електричний опір сирого коксового дріб'язку

Температурна залежність питомого електричного опору сирого і графітованого коксового дріб'язку є оберненою. Найбільше значення питомого електроопору сирого матеріалу за температури 100 °С належить фракції менше 2 мм і становить 482 $\text{кОм}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$, а найменше відповідає фракції 6–8 мм зі значенням 47,2 $\text{кОм}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$. З ростом температури криві питомого електричного опору для всіх фракцій набувають асимптотичного характеру. За температури 1000 °С значення ПЕО рівні 5,7 $\text{кОм}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$ і 9,6 $\text{кОм}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$ для фракцій 6–8 мм і 0–2 мм, відповідно. Питомий електричний опір графітованого коксового дріб'язку різних фракцій має характер зміни з ростом температури, подібний сирому коксовому дріб'язку. Найбільше значення ПЕО за температури 100 °С належить фракції менше 2 мм і становить 774 $\text{Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$, найменше значення у фракції 4–6 мм – 557 $\text{Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$. За температури 900 °С питомий електричний опір різних фракцій лежить у діапазоні від 205 $\text{Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$ до 257 $\text{Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$.

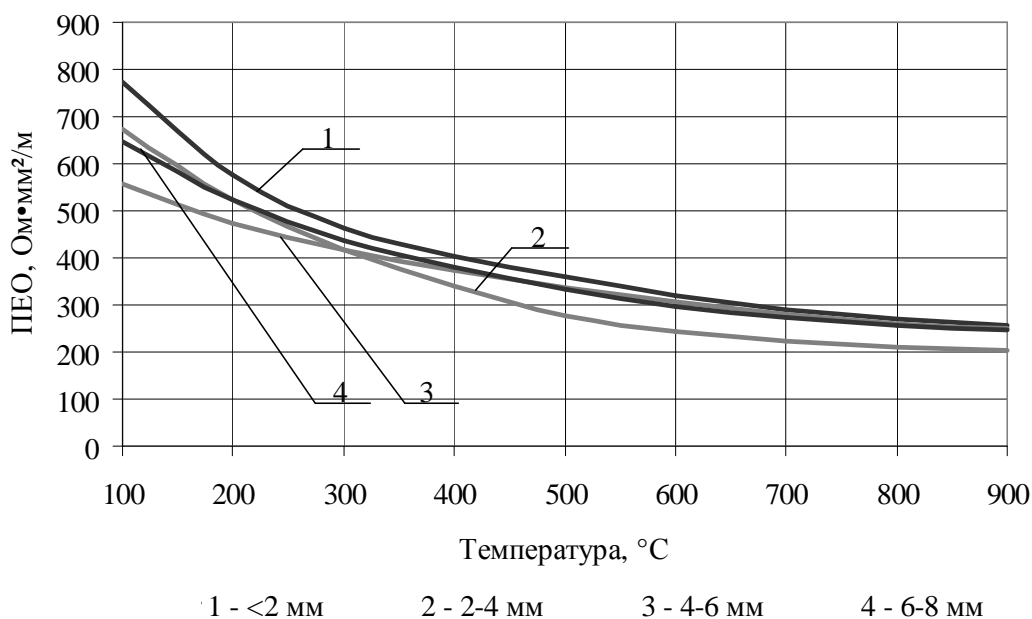


Рис. 3.30. Питомий електричний опір графітованого коксового дріб'язку

З метою встановлення зв'язку між коефіцієнтом теплопровідності і питомим електричним опором розраховані значення добутку $\lambda\rho$ для різних фракцій сирого і графітованого коксу та у вигляді графіків температурної залежності наведено на рис. 3.31, 3.32.

Аналізуючи вище наведені графіки (див. рис. 3.31, 3.32), для сирого коксового дріб'язку в діапазоні температури 100–1000 °С спостерігається зменшення значення $\lambda\rho$ від 0,13 Вт/(м·К)·Ом·м до 0,008 Вт/(м·К)·Ом·м. Графітований коксовий дріб'язок у діапазоні температури 100–900 °С має значення $2,7 \cdot 10^{-4}$ – $7 \cdot 10^{-4}$ Вт/(м·К)·Ом·м. У сирого коксового дріб'язку крива температурної залежності значення $\lambda\rho$ має опуклість, при цьому в графітованого матеріалу – увігнутість. Потрібно зазначити, що кореляційна залежність для фракції менше 2 мм має відмінний характер порівняно з більшими фракціями, це обумовлено розкидом процентного складу порошкоподібних частинок, що відіграє визначальну роль. Тому фракцію 0–2 мм потрібно розглядати як окремий випадок з більш ретельно відібраним гранскладом.

Аналізуючи характер зміни коефіцієнта теплопровідності і питомого електричного опору від температури, визначений внесок складових добутку $\lambda\rho$. Коефіцієнт теплопровідності сирого вуглецевого матеріалу в діапазоні температури 100–1000 °С збільшується майже в 7 разів, тоді як питомий електричний опір зменшується в 50 разів. Таким чином, характер кривої добутку $\lambda\rho$ визначає питомий електричний опір. У графітованого вуглецевого матеріалу в температурному діапазоні 100–900 °С коефіцієнт теплопровідності збільшується в 6 разів, а питомий електричний опір зменшується майже у 2,5 рази. Таким чином, порядок значення зміни коефіцієнта теплопровідності й питомого електричного опору графітованого коксового дріб'язку практично однаковий, що свідчить про однаковий визначальний вплив на характер залежності $\lambda\rho$ від температури.

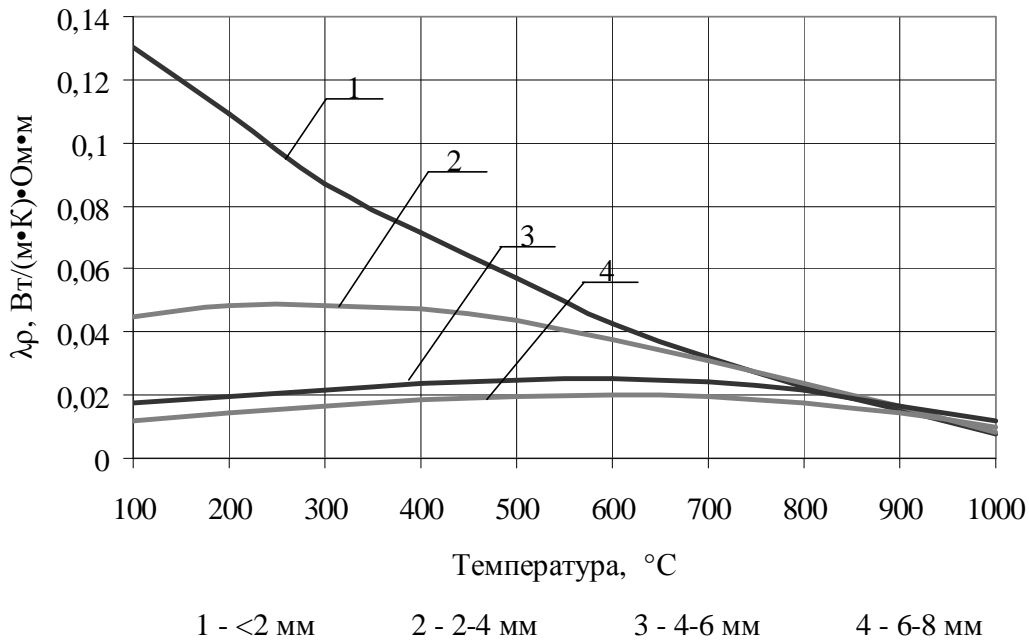


Рис. 3.31. Графіки кореляційної залежності між ПЕО і коефіцієнтом теплопровідності для різних фракцій сирого коксу

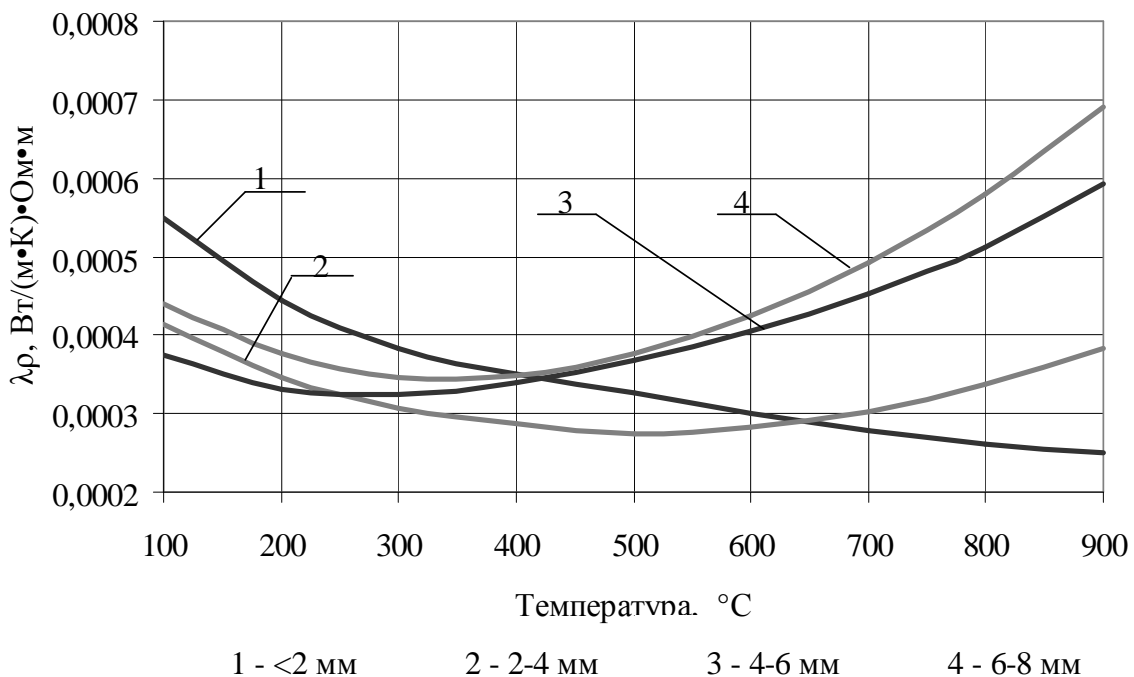


Рис. 3.32. Графіки кореляційної залежності між ПЕО і коефіцієнтом теплопровідності для різних фракцій графітованого коксу

Узагальнюючи залежності із графіків, наведених на рис. 3.31, 3.32, за допомогою трирівневого повнофакторного планування експерименту одержані кореляційні емпіричні рівняння поверхонь λ_r , що визначаються параметрами температури (t , °С) і розмірами гранул матеріалу (d , мм), причому кореляційний зв'язок є таким, що потребує врахування взаємодії між вище перерахованими параметрами (рис. 3.33, 3.34).

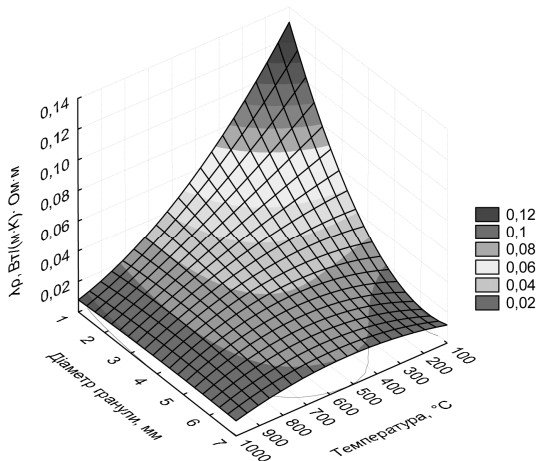


Рис. 3.33. Кореляційна залежність між ПЕО і коефіцієнтом теплопровідності для різних фракцій сирого коксу

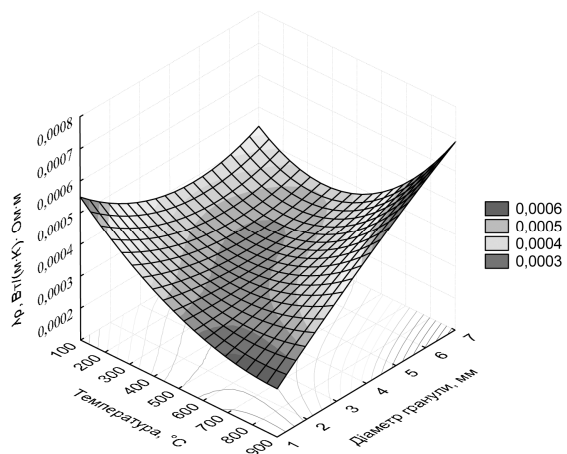


Рис. 3.34. Кореляційна залежність між ПЕО і коефіцієнтом теплопровідності для різних фракцій графітованого коксу

Відхилення результатів використовуваних кореляційних залежностей не перевищує 20 % (середнє значення відхилення не перевищує 6 %). Значення λ_r описується поліномами другого степеня для кожної фракції сипкого вуглецевого матеріалу з коефіцієнтами детермінації $R^2=0,97$ (для сирого коксу) та $R^2=0,87$ (для графітованого коксу):

– сирий кокс розміром фракцій 1–7 мм за температури 100–1000 °C

$$\lambda_r = 0,219 - 3,95 \cdot 10^{-4} \cdot t + 1,83 \cdot 10^{-7} \cdot t^2 - 7,13 \cdot 10^{-2} \cdot d + 5,87 \cdot 10^{-3} \cdot d^2 + 1,71 \cdot 10^{-4} \cdot t \cdot d - 1,54 \cdot 10^{-5} \cdot t \cdot d^2 - 9,85 \cdot 10^{-8} \cdot t^2 \cdot d + 9,42 \cdot 10^{-9} \cdot t^2 \cdot d^2; \quad (3.7)$$

– графітований кокс розміром фракцій 1–7 мм за температури 100–900 °C

$$\lambda_r = 7,425 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-6} \cdot t + 3,98 \cdot 10^{-10} \cdot t^2 - 1,28 \cdot 10^{-4} \cdot d + 1,36 \cdot 10^{-5} \cdot d^2 + 1,9 \cdot 10^{-7} \cdot t \cdot d - 2,43 \cdot 10^{-8} \cdot t \cdot d^2 + 5,63 \cdot 10^{-11} \cdot t^2 \cdot d + 7,9 \cdot 10^{-12} \cdot t^2 \cdot d^2. \quad (3.8)$$

Для практичного використання результатів добутку λ_r у табл. 3.9 наведено коефіцієнти рівняння полінома другого порядку

$$\lambda_r = a_0 + a_1 \cdot t + a_2 \cdot t^2 \quad (3.9)$$

Таблиця 3.9. Добуток λ_r для сирого та графітованого коксового дріб'язку

| Матеріал | Фракція, мм | Густина, кг/м ³ | Температурний діапазон, °C | Коефіцієнти рівняння полінома другого порядку | | |
|---------------------------------|-------------|----------------------------|----------------------------|---|-----------------------|-----------------------|
| | | | | a_0 | a_1 | a_2 |
| Сирий коксовий дріб'язок | < 2 | 740 | 100–1000 | 0,153 | $-2,41 \cdot 10^{-4}$ | $9,7 \cdot 10^{-8}$ |
| | 2–4 | 590 | | 0,044 | $3,16 \cdot 10^{-5}$ | $-6,92 \cdot 10^{-8}$ |
| | 4–6 | 490 | | 0,011 | $5,31 \cdot 10^{-5}$ | $-5,2 \cdot 10^{-8}$ |
| | 6–8 | 500 | | 0,006 | $4,96 \cdot 10^{-5}$ | $-4,56 \cdot 10^{-8}$ |
| Графітований коксовий дріб'язок | < 2 | 730 | 100–900 | $6,05 \cdot 10^{-4}$ | $-8,14 \cdot 10^{-7}$ | $4,80 \cdot 10^{-10}$ |
| | 2–4 | 540 | | $4,80 \cdot 10^{-4}$ | $-7,93 \cdot 10^{-7}$ | $7,67 \cdot 10^{-10}$ |
| | 4–6 | 560 | | $3,99 \cdot 10^{-4}$ | $-4,37 \cdot 10^{-7}$ | $7,28 \cdot 10^{-10}$ |
| | 6–8 | 560 | | $5,06 \cdot 10^{-4}$ | $-8,58 \cdot 10^{-7}$ | $1,19 \cdot 10^{-9}$ |

3.5. Застосування методу дискретного елемента для числового аналізу фізичних властивостей сипких матеріалів, зокрема ефективного значення теплопровідності та розроблення рекомендацій з їх застосування

3.5.1. Постановка задачі

Визначення температурних залежностей ефективної теплопровідності сипкого вуглецевого матеріалу супроводжується значними часовими та матеріальними затратами. Створення числової моделі теплопровідності в гранульованому вуглецевому матеріалі потребує знання властивостей власне твердої частинки вуглецевого матеріалу та повітря в порожнинах між частинками. Для спрощення геометричної моделі системи з твердих частинок і повітряних порожнин припускаємо, що частинки твердого матеріалу мають форму восьмикутника з діаметром описаного кола 5 мм. Частинки розміщують у шаховому порядку, що відповідає пористості матеріалу в реальних умовах близько 50 %. Така композиція наближено відповідає реальним умовам ущільнення матеріалу, що дає змогу в подальшому порівнювати результати числового аналізу з експериментальними залежностями. При цьому контакт між частинками відбувається по лінії, що відповідає діаметру плями контакту, яка утворюється на межі стику частинок, і представляє собою уявну стінку з певним термічним опором. Порожнини в міжчастинковому просторі спрощені до вигляду квадратів зі сторонами 3,4 мм (рис. 3.35), розраховані на основі просторової геометричної моделі зі сферичними елементами. Такі геометричні параметри порожнини необхідні для можливості розрахунку радіаційної складової теплопровідності в міжчастинковому просторі з використанням відомих теоретичних формул.

З рис. 3.36 видно, що досліджуваний матеріал обмежений концентричними кільцями, всередині яких перебувають тверді частинки та повітряні порожнини, що наближує моделювання до умов проведення дослідження в реальній дослідній установці.

Для розроблення числової моделі теплопровідності сипкого матеріалу розглядається стаціонарна задача. Для цього потрібне знання температурних залежностей теплопровідності кускового коксу та ефективного значення теплопровідності для повітряних порожнин, що враховує теплопередачу внаслідок випромінювання.

У літературі [84] відоме значення коефіцієнта теплопровідності для кускового кам'яновугільного коксу Харківського коксохімічного заводу в інтервалі 200–800 °С. Ефективне значення коефіцієнта теплопровідності повітря розраховане із застосування аналітичних рішень Чудновського [134]

$$\lambda_p = 2\varepsilon^2\sigma T^3 h, \quad (3.10)$$

де ε – ступінь чорноти поверхонь; σ – стала Стефана–Больцмана, Вт/(м²·К); T – абсолютна температура, К; h – товщина шару, м.

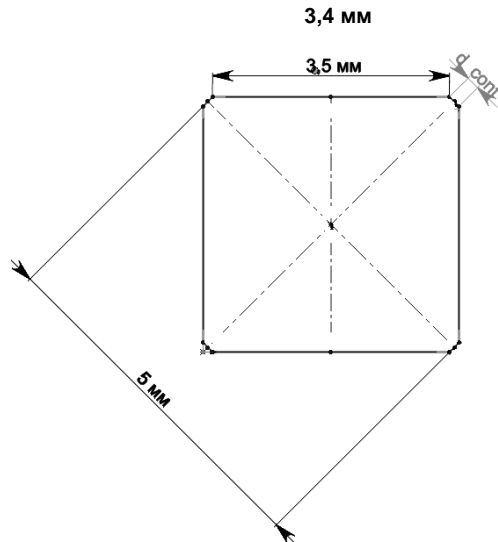


Рис. 3.35. Геометрична модель твердої частинки (коксинки)

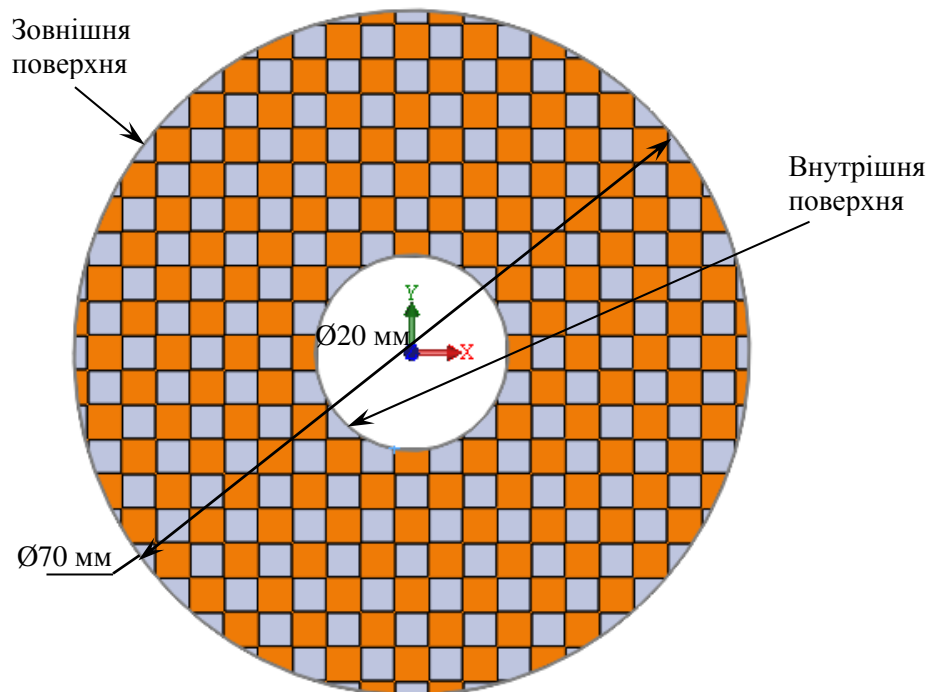


Рис. 3.36. Геометрична модель системи з твердих тіл та повітряних порожнин

Як граничні умови розглядалися ГУ I роду ($T=\text{const}$) на внутрішній та зовнішній поверхнях.

У сипких матеріалах ефективний коефіцієнт теплопровідності визначається не тільки теплопровідністю твердої частинки та порожнин, а й контактним термічним опором між частинками, який у свою чергу залежить від площі плями контакту частинок коксу.

Оцінка впливу площі (або діаметра) відносного плями контакту на ефективну теплопровідність моделі засипки з розміром фракції 5 мм для середньої температури 200 °С наведена на рис. 3.37. Вибір цієї температури обумовлений наявністю для неї експериментальних даних та найменшим впливом радіаційної складової теплопровідності в порожнинах між частинками коксу незалежно від розміру фракції.

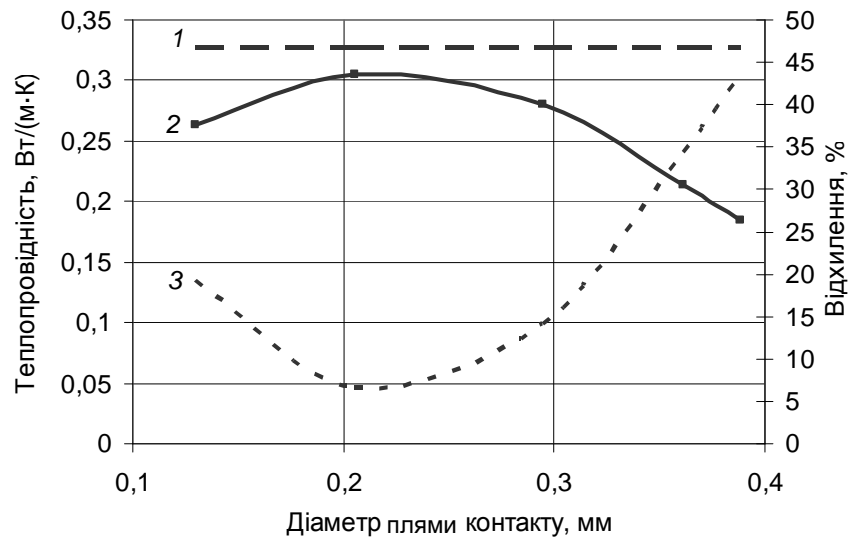


Рис. 3.37. Вплив діаметра плями контакту на значення ефективного коефіцієнта теплопровідності: 1 – дослідні дані; 2 – розрахунок; 3 – відхилення розрахунку від дослідних даних

Зазначена обставина доцільна з точки зору налагодження моделі. Таким чином, числовий аналіз дав змогу встановити оптимальне значення діаметра плями контакту між частинками, що становить 0,1556 мм. За даного значення діаметра відносного плями контакту відхилення від експериментальних даних не перевищує 7 %.

Оцінку впливу контактного опору на ефективний коефіцієнт теплопровідності в широкому діапазоні зміни аргументу для температури 200 °С наведено на рис. 3.38.

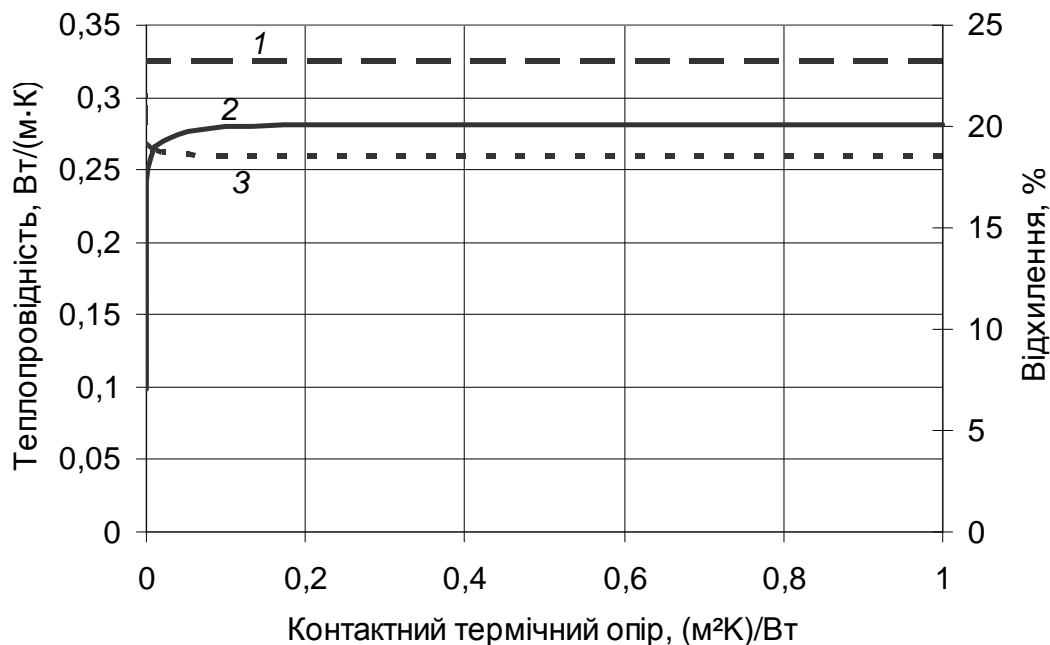


Рис. 3.38. Вплив контактний термічний опору на значення ефективного коефіцієнта теплопровідності: 1 – дослідні дані; 2 – розрахунок; 3 – відхилення розрахунку від дослідних даних

Отримана залежність має асимптотичний характер і за значень контактного термічного опору понад $1 \text{ м}^2 \cdot \text{К}/\text{Вт}$ коефіцієнт теплопровідності практично не змінюється. Аналіз літературних джерел [22] дав змогу встановити значення контактного термічного опору на рівні $1 \cdot 10^{-5} \text{ м}^2 \cdot \text{К}/\text{Вт}$, за якого відхилення теплопровідності числового аналізу від експериментальних даних не більше 7 %.

Отримані результати дають змогу зробити висновок, що контакт між частинками за умов стиску 27 кПа практично ідеальний, а визначальним чинником у теплопередачі крізь систему твердих частинок та порожнин відіграє відносна площа (діаметр) плями контакту, що важливо для побудови геометричної моделі.

3.5.2. Методика визначення коефіцієнта ефективної теплопровідності сипкого матеріалу

Числовий аналіз здійснювався за допомогою відкритої інтегрованої платформи для числового моделювання задач механіки суцільних середовищ OpenFoam, результати якого наведено на рис. 3.39.

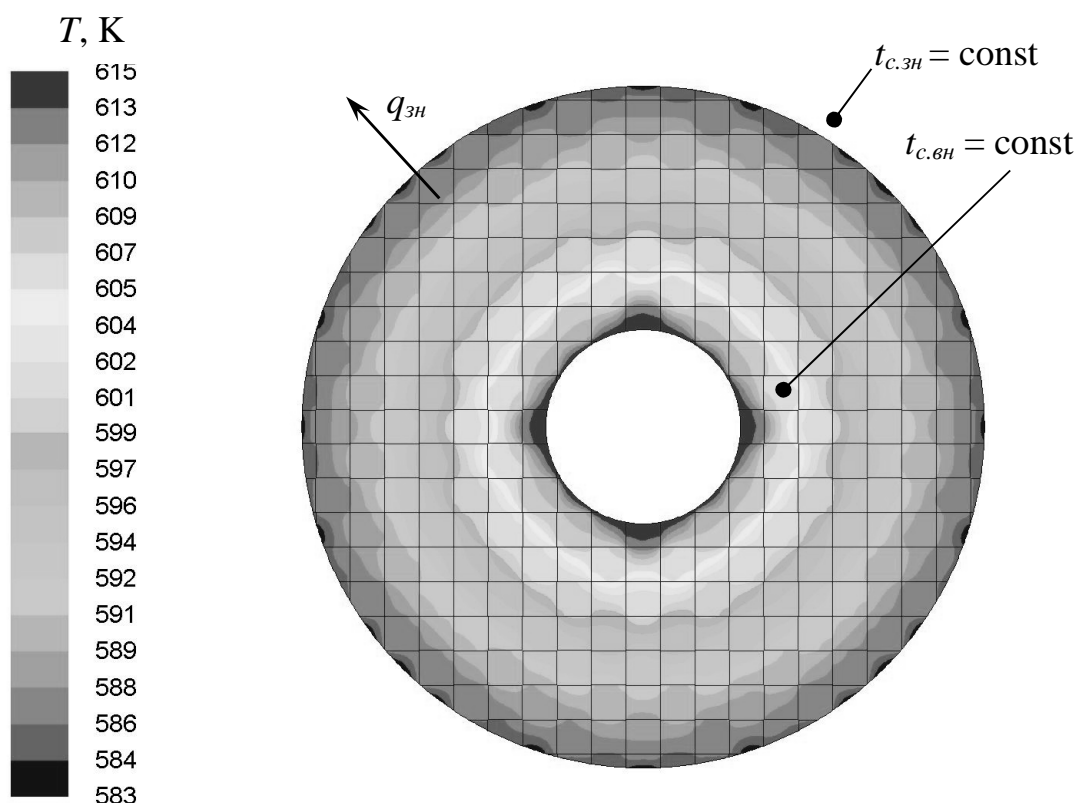


Рис. 3.39. Результати числового аналізу теплопровідності в сипкому матеріалі

У результаті розрахунків отриманий середньозважений питомий тепловий потік по зовнішній поверхні кільцевого шару матеріалу (тепловий потік крізь одиницю зовнішньої поверхні), значення якого можна використати для розрахунку коефіцієнта теплопровідності за відомою формулою, що впливає із закону Фур'є

$$q_{3H} = \frac{2\lambda(t_{c.6H} - t_{c.3H})}{d_{3H} \ln \frac{d_{3H}}{d_{6H}}},$$

звідки

$$\lambda = \frac{q_{3H} d_{3H} \ln \frac{d_{3H}}{d_{6H}}}{2(t_{c.6H} - t_{c.3H})}.$$

3.5.3. Дослідження температурної залежності ефективної теплопровідності на основі числової моделі

Розроблення моделі теплопровідності сипкого матеріалу розміром фракції 3 мм та 7 мм потребує дослідження впливу площі контакту між частинками на ефективну теплопровідність системи та встановлення її значення, яке відповідає дослідним даним (рис. 3.40, 3.41).

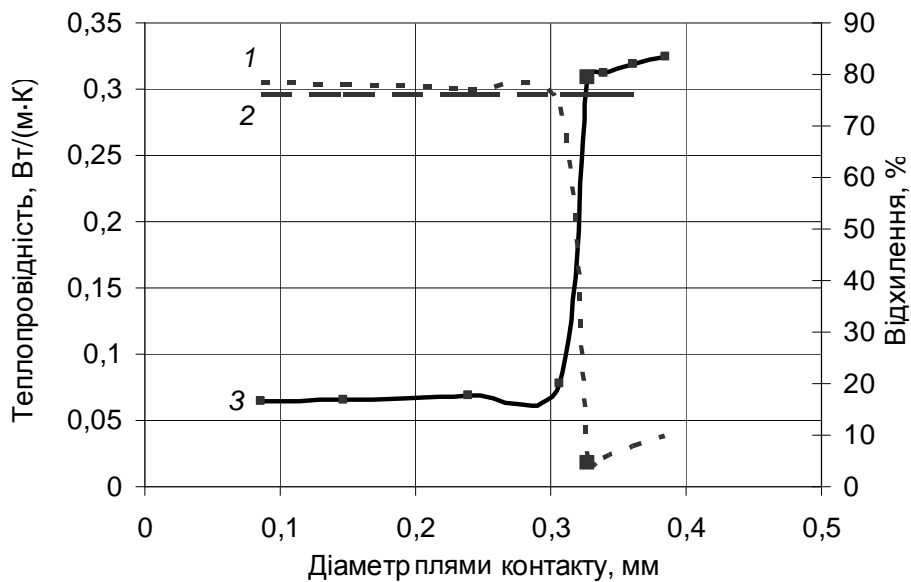


Рис. 3.40. Вплив діаметра плями контакту на значення ефективного коефіцієнта теплопровідності: 1 – дослідні дані; 2 – розрахунок; 3 – відхилення розрахунку від дослідних даних

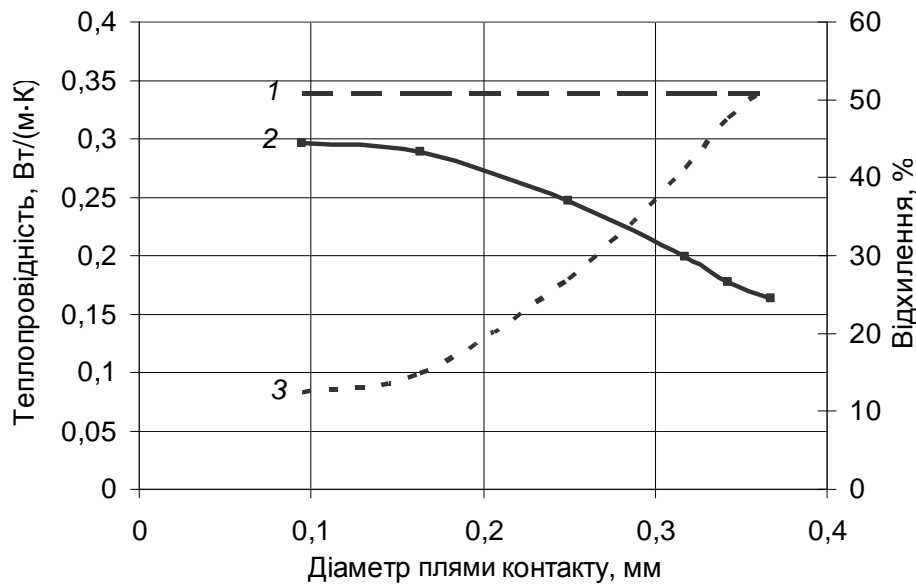


Рис. 3.41. Вплив діаметра плями контакту на значення ефективного коефіцієнта теплопровідності: 1 – дослідні дані; 2 – розрахунок; 3 – відхилення розрахунку від дослідних даних

Отримані результати дають змогу побудувати графік залежності площі контакту між частинками від їхнього розміру (рис. 3.42).

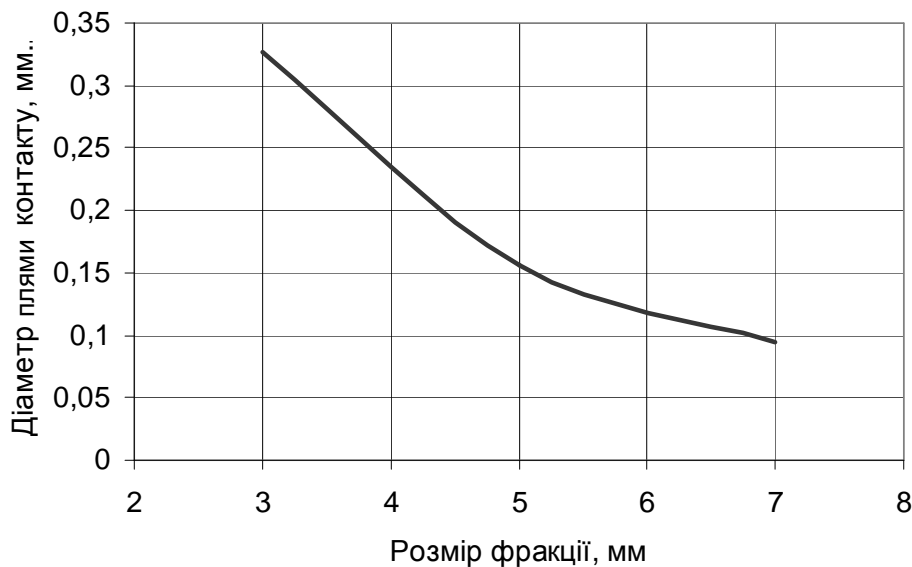


Рис. 3.42. Залежність діаметра плями контакту від розміру фракції

Таким чином, приймаючи для даного досліджуваного матеріалу (кам'яновугільний коксовий дріб'язок) сталі значення контактного термічного опору та значення діаметра плями контакту для відповідного середнього розміру фракції, проведемо перевірку розробленої моделі для гранул коксу різного розміру (рис. 3.43–3.46).

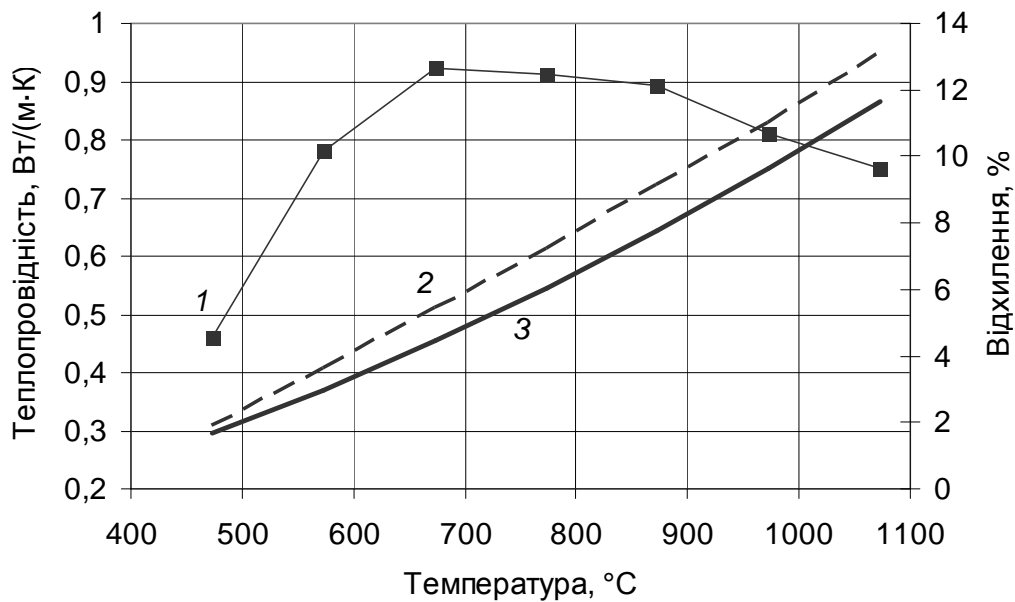


Рис. 3.43. Температурна залежність розрахункового значення ефективного коефіцієнта теплопровідності з розміром гранул 3 мм: 1 – відхилення розрахунку від дослідних даних; 2 – розрахунок; 3 – дослідні дані

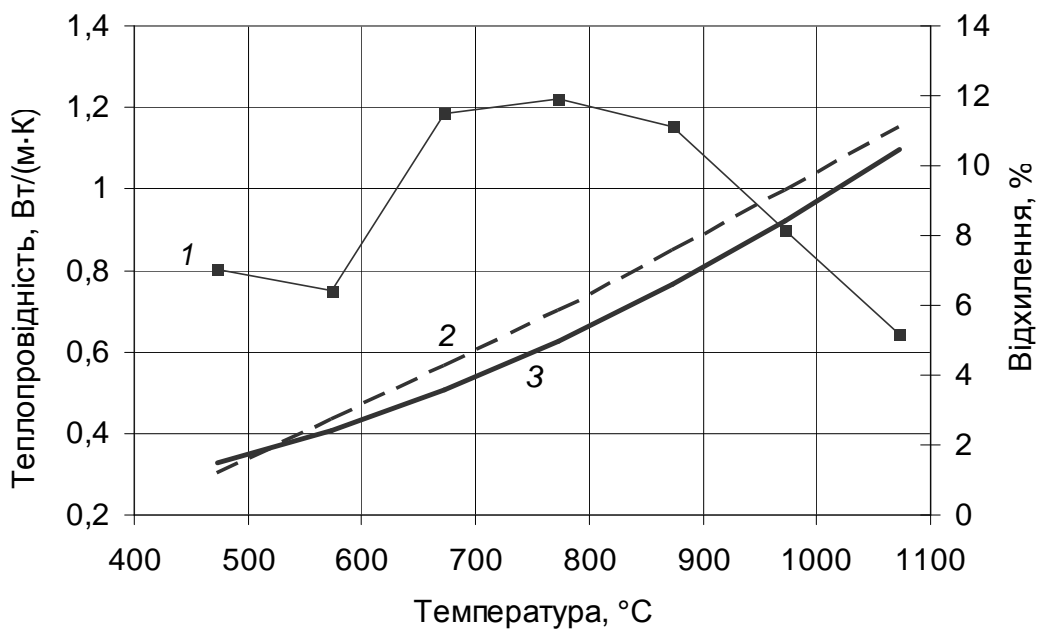


Рис. 3.44. Температурна залежність розрахункового значення ефективного коефіцієнта теплопровідності з розміром гранул 5 мм: 1 – відхилення розрахунку від дослідних даних; 2 – розрахунок; 3 – дослідні дані

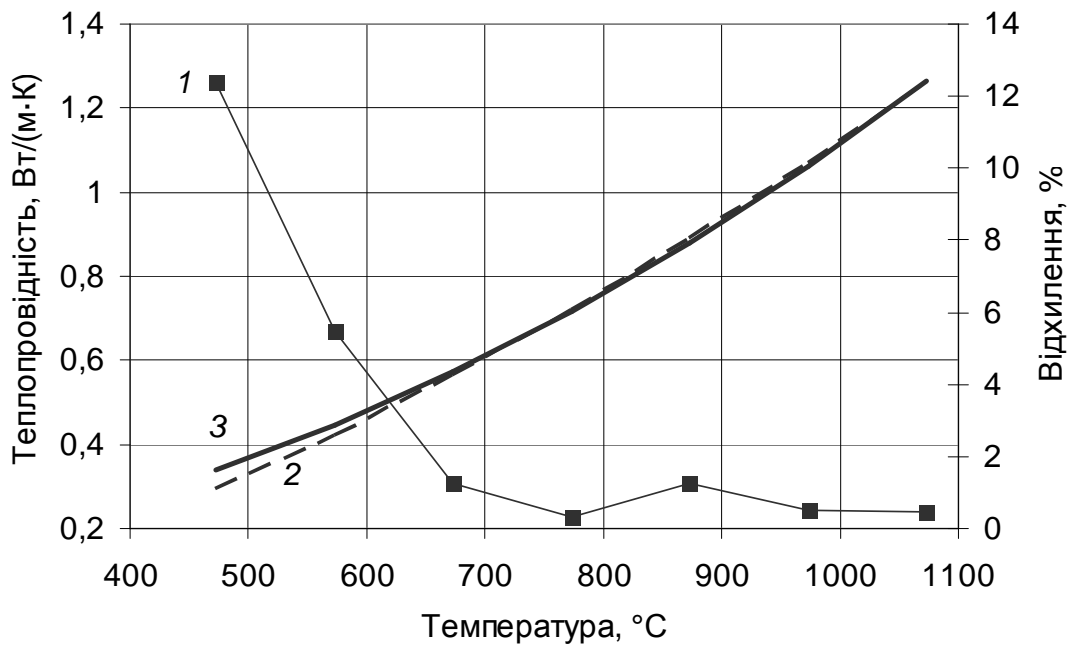


Рис. 3.45. Температурна залежність розрахункового значення ефективного коефіцієнта теплопровідності з розміром гранул 7 мм: 1 – відхилення розрахунку від дослідних даних; 2 – розрахунок; 3 – дослідні дані

Проведені числові експерименти показали, що відхилення від дослідних даних не перевищує 13% і визначається неточністю задання умов однозначності.

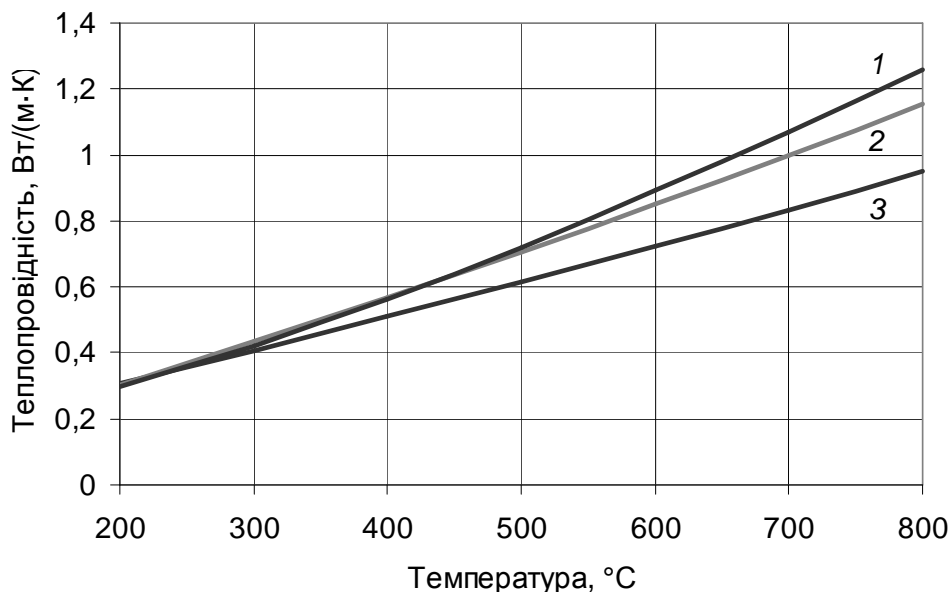


Рис. 3.46. Зведені результати числового аналізу ефективного коефіцієнта теплопровідності для різних фракцій матеріалу: 1 – 7 мм; 2 – 5 мм; 3 – 3 мм

3.5.4. Рекомендації щодо застосування числової моделі теплопровідності сипкого матеріалу

Використання моделі можливе в діапазоні температури 200–800 °C, що обумовлено наявністю даних з теплопровідності твердої частинки коксу для даного діапазону. Необхідність розширення температурного діапазону потребує знання відповідних властивостей для коксу в цьому діапазоні.

Розмір досліджуваного коксу обмежений значеннями 3–7 мм і потребує подальшого дослідження. Зі зменшення розміру частинок визначальний вплив на ефективний коефіцієнт теплопровідності має контактний термічний опір та розмір плями контакту, а при збільшенні – теплопровідність власне матеріалу, що видно з рис. 3.42.

3.6. Висновки до розділу 3

Відповідно до проведених досліджень можна зробити такі висновки:

1. Отримано температурні залежності коефіцієнта теплопровідності сирого коксового дріб'язку різних фракцій за різного тиску, на основі яких розраховане регресійне рівняння, що дає змогу визначати коефіцієнт теплопровідності сирого коксу фракційним складом 2–6 мм у діапазоні температури 300–1000 °С та тиску 0–54 кПа з відхиленням від експериментальних значень не більше 20 %.

2. Отримано температурні залежності коефіцієнта теплопровідності для сирого та графітованого коксового дріб'язку різного фракційного складу та їхніх сумішей за надлишкового тиску 27 кПа, на основі яких розраховано регресійні рівняння, що дають змогу визначати коефіцієнти теплопровідності сирого, графітованого коксу з середнім розміром фракції 1–7 мм у діапазоні температури 200–1000 °С та їхніх сумішей 2–6 мм за температури 400–1000 °С. При цьому відносна похибка рівняння регресії не перевищує 20 % для всього діапазону кожного з факторів.

3. Досліджено вплив зміни тиску на ПЕО кам'яновугільного коксу. Отримано залежності питомого електричного опору сирого та графітованого коксового дріб'язку фракціями 0–2; 2–4; 4–6; 6–8 і 0–10 мм та їхніх сумішей для діапазону температури 30–1000 °С при тиску 27 кПа.

4. Отримані результати теплофізичних вимірювань кам'яновугільного коксу різної структури приведені до вигляду добутку λ_r залежно від температури й розміру фракції та апроксимовані поліномами другого степеня, що дають змогу оцінювати коефіцієнт теплопровідності за значенням питомого електричного опору.

5. На основі отриманих експериментальних даних розроблена числова модель теплопровідності сипкого матеріалу з можливістю створення засипки коксового дріб'язку з фракційним складом 3–7 мм та в діапазоні температури 200–800 °С з відхиленням від експериментальних даних не більше 13 %. Розроблена числова модель системи, що складається з частинок коксу та повітряних порожнин, дає змогу встановлювати температурні залежності ефективного коефіцієнта теплопровідності, використовуючи лише літературні дані з коефіцієнтів теплопровідності кускового коксу та повітря.

4. РОЗРОБКА ТЕХНІЧНИХ РІШЕНЬ З ВИКОРИСТАННЯМ НОВОЇ РЕЦЕПТУРИ ФУТЕРІВОК І ТЕПЛОІЗОЛЯЦІЇ

4.1. Числова модель теплоелектричних полів печі графітування

Процес графітування вуглеграфітових заготовок у промисловості здійснюється в електричних печах опору. Сутність графітування полягає у високотемпературній обробці виробів при температурі 2500–3000 °С у спеціальних графітувальних печах [115, 135]. Якість готової графітованої продукції визначається як рівнем температури в печі графітування, так і рівномірністю властивостей. Рівномірність температурного поля в печі графітування може бути досягнута правильним вибором пересипкових і теплоізоляційних матеріалів [125, 136, 137]. Потрібно зазначити, що використовується вуглецева теплоізоляційна шихта відіграє роль не тільки теплоізолятора, але й активного електричного опору. При цьому до теплоізоляційних матеріалів ставлять такі вимоги як високий електричний опір, низький коефіцієнт теплопровідності і достатня пористість [114].

Властивості застосовуваної теплоізоляції в графітувальних печах впливають на енергетичні показники процесу графітування. Так наприклад, застосування вуглецевої теплоізоляції дає змогу знизити енергоємність цього процесу на 6 % [138]. Дослідження температурних полів у печах графітування Ачесона до і після внесення конструкційних змін або контролюючих параметрів шляхом використання експериментальних вимірювань характеризуються значними часовими та фінансовими затратами [139], що можна уникнути, використовуючи математичне моделювання [40].

На даний момент у печах графітування Ачесона використовується синтетична теплоізоляційна шихта (до 10 мм), до складу якої входить сирий, графітований коксовий дріб'язок, деревна тирса й пісок. Синтетична шихта має низький коефіцієнт теплопровідності й високий ПЕО, але потребує значних фінансових витрат на її виробництво та очищення забруднень продуктів розкладання (монооксид вуглецю).

Геометричну модель печі графітування Ачесона із заготовками наведено на рис. 4.1 [140]. Для числового аналізу використана математична модель печі графітування Ачесона, що розроблена в НДЦ «Ресурсозберігаючі технології» і яка враховує тепломасоперенесення вологи в сипких матеріалах та теплоту хімічних реакцій [141].

У табл. 4.1 використані такі терміни:

– «максимум мінімальної температури» – найбільш висока в процесі кампанії температура, вибрана з мінімальних температур за об'ємом керна й заготовок кожного ряду;

– «максимум максимальної температури» – найбільш висока в процесі кампанії температура, вибрана з максимальних температур за об'ємом керна й заготовок кожного ряду.

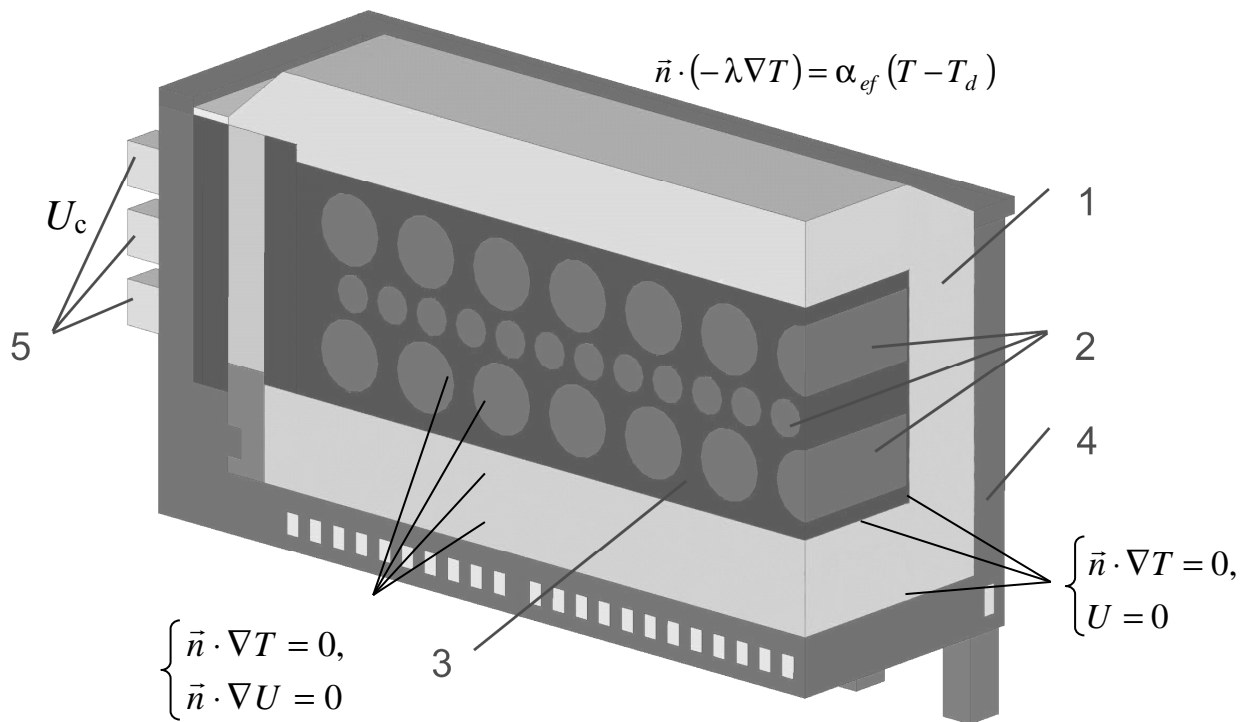


Рис. 4.1. Геометрична модель печі графітування Ачесона: 1 – теплоізоляційна шихта; 2 – заготовки; 3 – пересипка; 4 – футерівка; 5 – електроди

Динамічну зміну параметрів, що характеризують теплову зміну стану печі в процесі кампанії, наведено на рис. 4.2. На графіках рис. 4.2 особливу увагу приділено зміні середньооб'ємної, мінімальної, максимальної температури заготовок і керна, а також максимальні осьові перепади температури заготовок по рядах при використанні як теплоізоляції синтетичної шихти.

На кінець кампанії середньооб'ємна температура заготовок середнього ряду перевищувала 3400 °С, для першого і третього рядів була на рівні 3400 °С; мінімальна та максимальна температура, відповідно, в заготовках середнього ряду вище 3200 °С і 3500 °С, для першого ряду – 2600 °С і 3500 °С, для третього ряду – 2700 °С і 3500 °С.

Таблиця 4.1. Технологічні параметри при використанні синтетичної шихти

| Характеристики | Керн | 1-й ряд | 2-й ряд | 3-й ряд |
|--|-------------------|---------|---------|---------|
| Тривалість кампанії, год / Вага садки, т | 70,47 / 91,92 | | | |
| Продуктивність, т/год / ПВЕ, кВт·год/т | 1,304/6512 | | | |
| Максимум мінімальної температури t_{\min} , °С | 2623 | 2623 | 3173 | 2715 |
| Максимум максимальної температури, t_{\max} , °С | 3592 | 3544 | 3592 | 3579 |
| Максимум середньооб'ємної температури $t_{\text{ср}}$, °С | 3263 | 3204 | 3424 | 3253 |
| Максимальна неоднорідність температурного поля по заготовках за час кампанії, К | 1815 | 1599 | 742 | 1369 |
| Максимальна неоднорідність температурного поля по заготовках на кінець кампанії, К | 972 | 924 | 419 | 865 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t < 900$ °С, К/год | 112 | 112 | 101 | 103 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 900\text{--}1200$ °С, К/год | 132 | 132 | 120 | 105 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 1200\text{--}1700$ °С, К/год | 182 | 182 | 136 | 111 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 1700\text{--}2200$ °С, К/год | 179 | 179 | 132 | 116 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 2200\text{--}2500$ °С, К/год | 133 | 133 | 129 | 116 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t > 2500$ °С, К/год | 114 | 114 | 113 | 102 |
| Швидкість росту мінімальної температури на кінець кампанії, К/год | 13 | 13 | 13 | 8 |
| Витримка при середньооб'ємній температурі понад 2500 °С на кінець кампанії, год | 38,5 | 36 | 40,5 | 40,5 |
| Максимальний осьовий перепад за кампанію, К | | 574 | 343 | 560 |
| Максимальний осьовий перепад на кінець кампанії, К | | 394 | 289 | 408 |
| Максимум температури шамотної кладки за час кампанії стіна/під/торець, °С | 1194 / 802 / 1652 | | | |
| ККД печі, % | 32,51 | | | |

Найбільший осьовий перепад температури мали заготовки третього ряду в середині кампанії й досягли 550 °С на 40-й годині кампанії. Для заготовок нижнього ряду осьовий перепад температур не перевищував 570 °С, а для середнього – 330 °С.

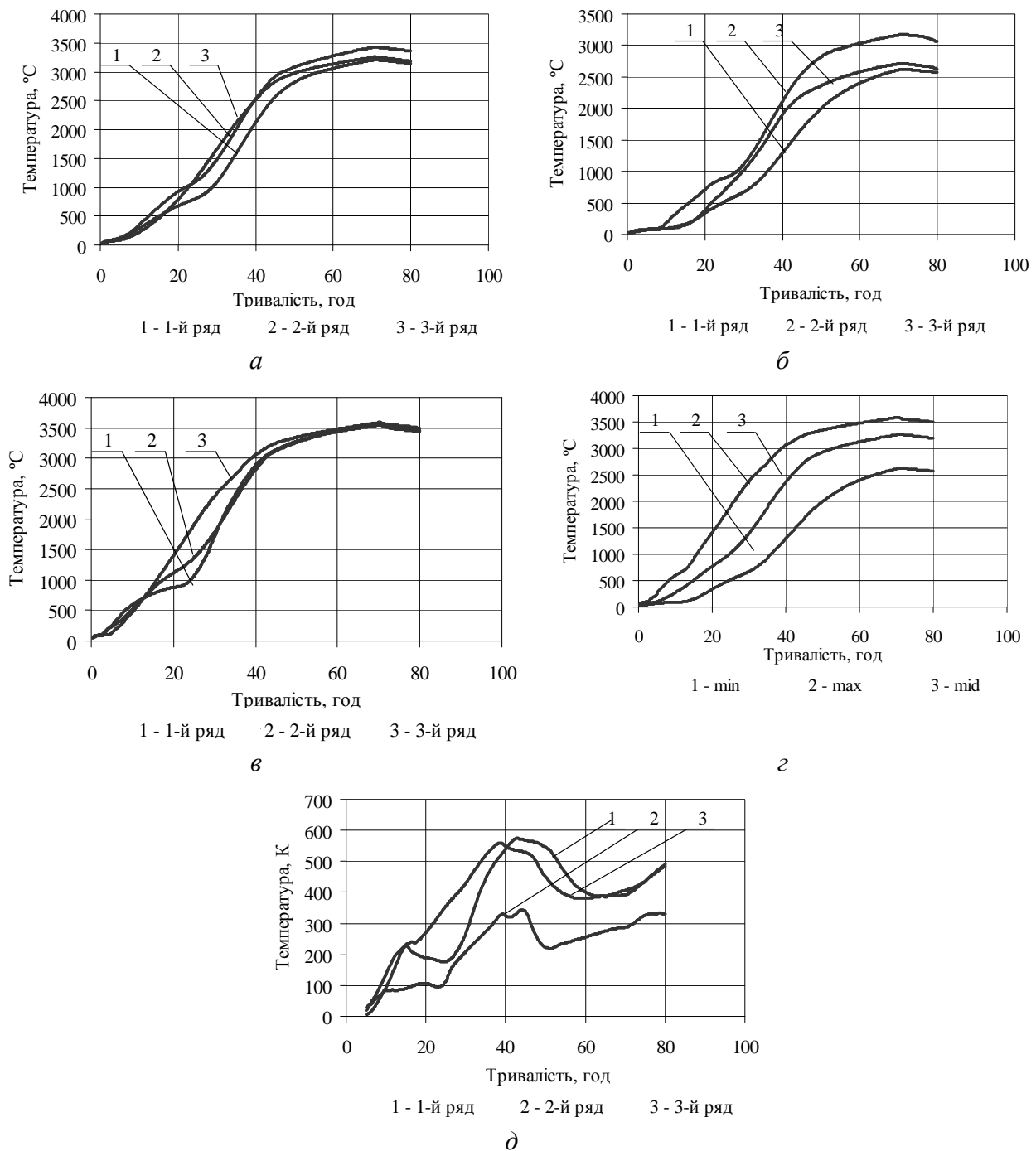


Рис. 4.2. Графіки зміни температурних технологічних параметрів керна та заготовок у процесі кампанії при використанні синтетичної шихти: *а* – середньооб’ємна температура заготовок рядів; *б* – мінімальна температура заготовок рядів; *в* – максимальна температура заготовок рядів; *г* – температура заготовок; *д* – максимальний осьовий перепад по рядах

4.2. Розробка рецептури та методики застосування матеріалів для футерівки і теплоізоляції печей електродного виробництва

Для визначення раціонального співвідношення суміші сирого та графітованого коксу проведені експериментальні дослідження теплопровідності та електропровідності синтетичної та однокомпонентної шихти (з різним вмістом сирого та графітованого матеріалу) у діапазоні температур до 1000 °С. Для адаптації числової моделі й підготовки даних до використання розрахунків отримані експериментальні дані оброблені у вигляді поліномів 1–3-го ступенів та екстрапольовані до значень температури 3000 °С на підставі внеску променистої складової з використанням формули Чудновського [134]. Для екстраполяції даних коефіцієнта теплопровідності використано усереднений розмір міжчастинкового простору засипки (за фракційним складом) для розрахунку променистої складової коефіцієнта теплопровідності та врахування незворотної структурної зміни вуглецю, що настає після температури 2300 °С. Питомий електричний опір має асимптотичний характер поведінки, кількісна характеристика якого визначається властивостями графітованого матеріалу. Експериментальні дані апроксимовані поліномами, екстрапольовані в область температур до 2000 °С і наведені у вигляді таблиць. Подальший аналіз даних з урахуванням теоретичних уявлень [134] і результатів досліджень вугільних матеріалів [22, 84, 126] дав змогу уточнити екстраполяцію й розширити температурний діапазон. Уточнені дані з теплопровідності та електропровідності в діапазоні температур до 3250 °С наведено на рис. 4.3–4.5.

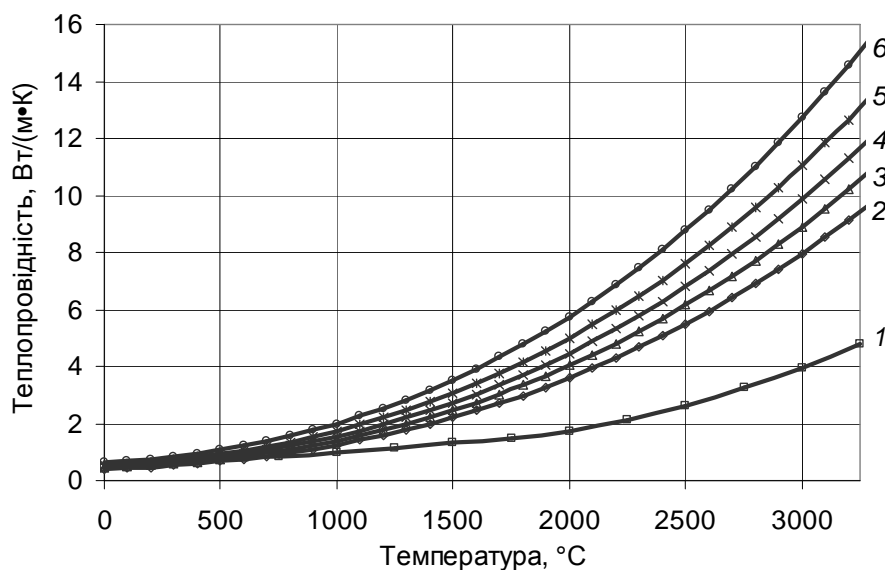


Рис. 4.3. Графік залежності теплопровідності однокомпонентної шихти (кокс 0–10 мм) і синтетичної шихти від температури: 1 – багатокомпонентна шихта; 2 – сирий/графітований кокс – 100/0; 3 – сирий/графітований кокс – 75/25; 4 – сирий/графітований кокс – 50/50; 5 – сирий/графітований кокс – 25/75; 6 – сирий/графітований кокс – 0/100

Температурна залежність теплопровідності всіх матеріалів характеризується зростаючими кривими. Найбільші значення відповідають теплопровідності «зворотного» коксового дріб'язку, найменші – синтетичній шихті й сирому коксовому дріб'язку. За температури понад 1000 °С теплопровідність коксового дріб'язку зростає швидше, ніж синтетичної шихти.

Причинами цього є часткова графітизація коксового дріб'язку та крупніший гранулометричний склад коксового дріб'язку. В області високих температур основним механізмом передачі теплоти стає випромінювання, тому збільшення теплопровідності відбувається більш інтенсивно, а гранулометричний склад набуває визначальне значення. За температури 3000 °С значення теплопровідності коксового дріб'язку й синтетичної шихти становлять 11,6 Вт/(м·К) і 9,4 Вт/(м·К), відповідно.

Графіки зміни питомого електричного опору (ПЕО) досліджених матеріалів наведено на рис. 4.4, 4.5. При цьому на рис. 4.5 наведено частину графіка, зображеного на рис. 4.4, що відповідає області температур 2000–3250 °С.

У всій області температур синтетична шихта має найбільш високі значення ПЕО. В однокомпонентній шихті значення ПЕО зменшуються в міру зниження частки сирого коксового дріб'язку в суміші.

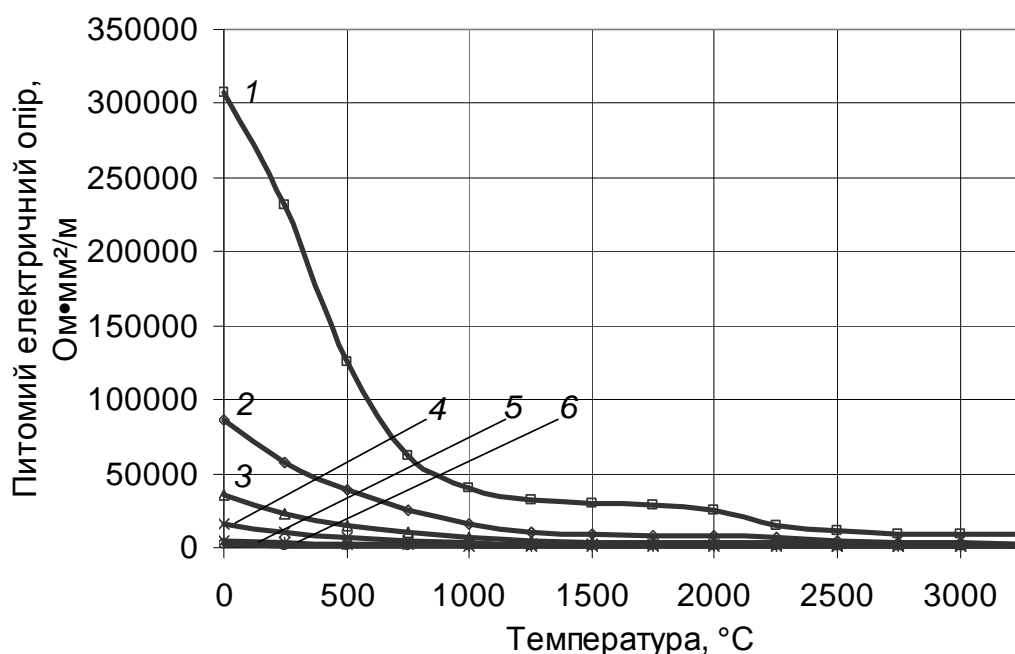


Рис. 4.4. Графік залежності питомого електричного опору однокомпонентною шихти і синтетичної шихти від температури: 1 – багатокомпонентна шихта; 2 – сирий/графітований кокс – 100/0; 3 – сирий/графітований кокс – 75/25; 4 – сирий/графітований кокс – 50/50; 5 – сирий/графітований кокс – 25/75; 6 – сирий/графітований кокс – 0/100

В області температур від 100 °С до 1900–2200 °С спостерігається плавне зменшення ПЕО і криві набувають асимптотичного характеру. Але за температур 1900–2000 °С хід кривих змінюється: зменшення значень ПЕО із зростанням температури стає більш значимим. У більш високотемпературній області знову хід кривих набуває асимптотичного характеру.

При температурі 3000 °С синтетична шихта має значення ПЕО ($\rho_{\text{ел(синт)}}=9200 \text{ Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$) майже втричі більше за сирий коксовий дріб'язок ($\rho_{\text{ел(св.кокс)}}=3100 \text{ Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$). Приблизно таке ж співвідношення спостерігається і за менших температур. За температури 1000 °С $\rho_{\text{ел(синт)}}=40300 \text{ Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$, а $\rho_{\text{ел(св.кокс)}}=16600 \text{ Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$; а за температури 2000 °С – $\rho_{\text{ел(синт)}}=25400 \text{ Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$, $\rho_{\text{ел(св.кокс)}}=8070 \text{ Ом}\cdot\text{мм}^2/\text{м}$.

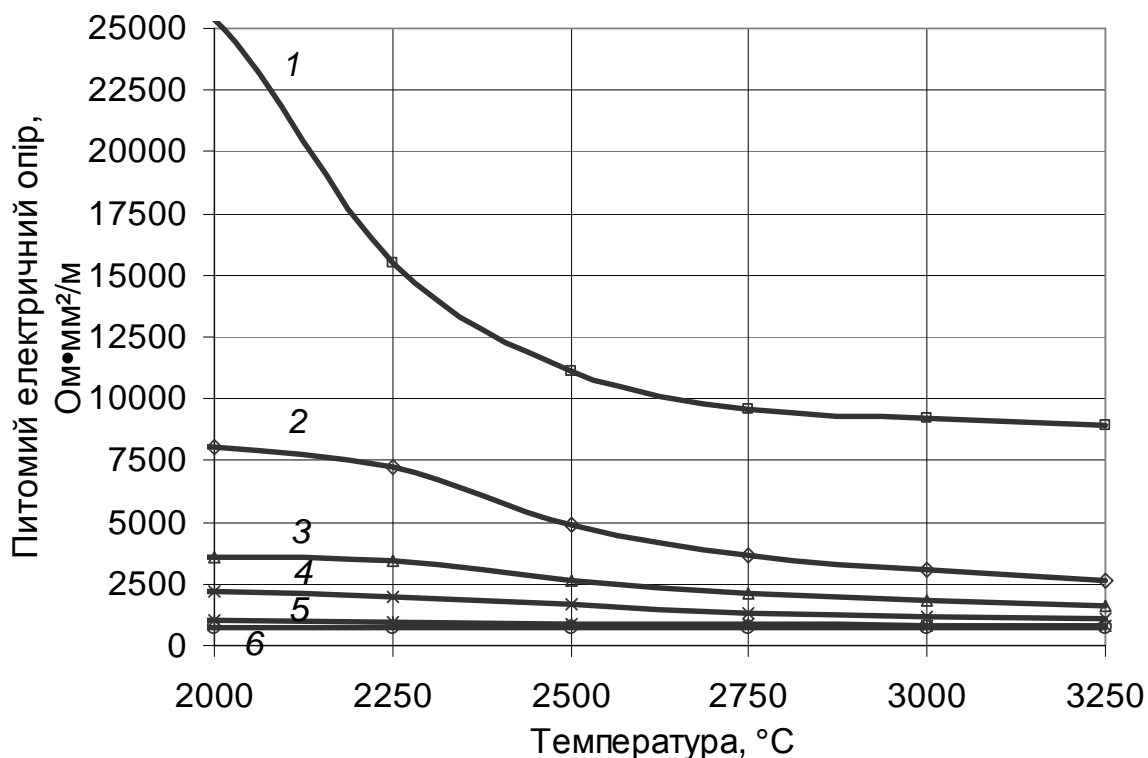


Рис. 4.5. Графік залежності питомого електричного опору однокомпонентної шихти і синтетичної шихти від температури (2000–3250 °С): 1 – багатокомпонентна шихта; 2 – сирій/графітований кокс – 100/0; 3 – сирій/графітований кокс – 75/25; 4 – сирій/графітований кокс – 50/50; 5 – сирій/графітований кокс – 25/75; 6 – сирій/графітований кокс – 0/100

Для однокомпонентної шихти значення ПЕО зменшуються в міру збільшення частки графітованого коксового дріб'язку, і з її збільшенням відмінність у значеннях стає меншою.

Вибір теплоізоляції на підставі проведеного аналізу забезпечує найбільший рівень мінімальної, максимальної і середньооб'ємної температури графітованих заготовок.

Для аналізу рівня мінімальної, максимальної й середньооб'ємної температури заготовок проведені зіставлення температур залежно від процентного вмісту сирового та графітованого коксового дріб'язку в однокомпонентній теплоізоляції. Ці зіставлення у вигляді графіків наведено на рис. 4.6–4.8.

Як видно з рис. 4.6–4.8 спостерігається зростання характерних температур у міру збільшення частки сирового матеріалу в шихті. Температурні характеристики заготовок при використанні сирового коксового дріб'язку майже збігаються з відповідними значеннями параметрів при застосуванні синтетичної шихти (температура позначена штриховими лініями). При цьому зростання температури значне при вмісті сирового коксового дріб'язку менше 50 % і сповільнюється за подальшого його збільшення.

Отримані результати дають змогу зробити висновок про безперспективність розгляду композицій з вмістом сирового коксового дріб'язку менше 50 %.

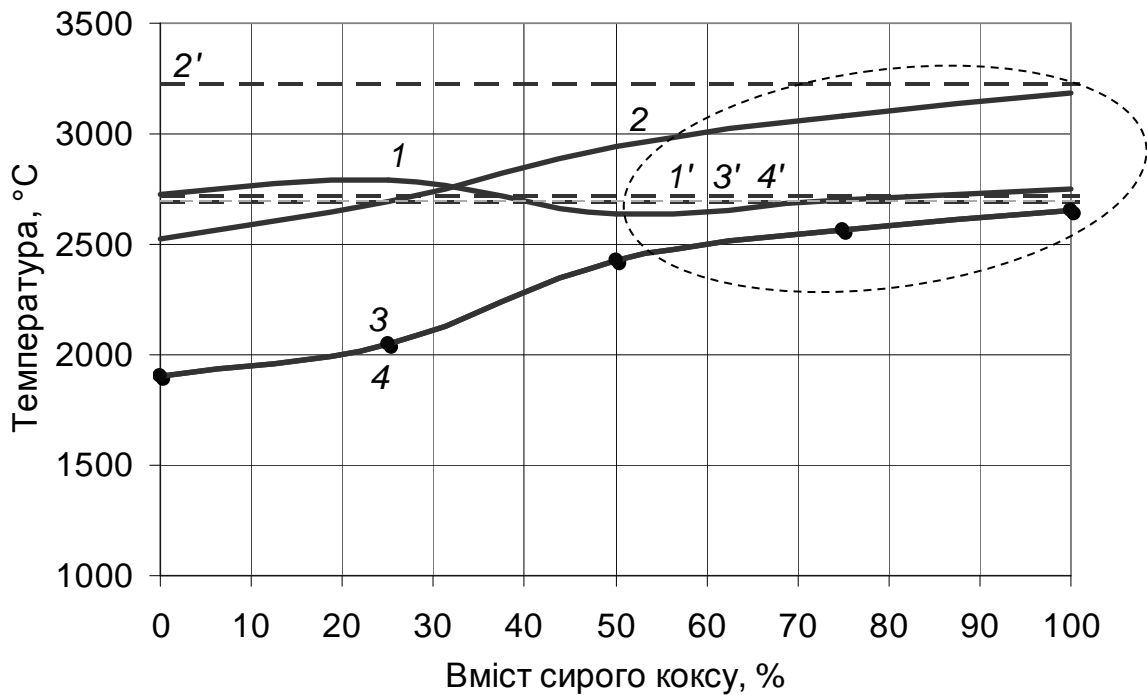


Рис. 4.6. Графік залежності максимуму мінімальної температури заготовок по рядах і керну від процентного вмісту сирого коксу в однокомпонентній шихті і для синтетичної теплоізоляційної шихти: 1, 2, 3, 4 – 1-й, 2-й, 3-й ряди заготовок та керн, відповідно, за умови використання однокомпонентної шихти; 1', 2', 3', 4' – 1-й, 2-й, 3-й ряди заготовок і керн, відповідно, при використанні багатокомпонентної шихти

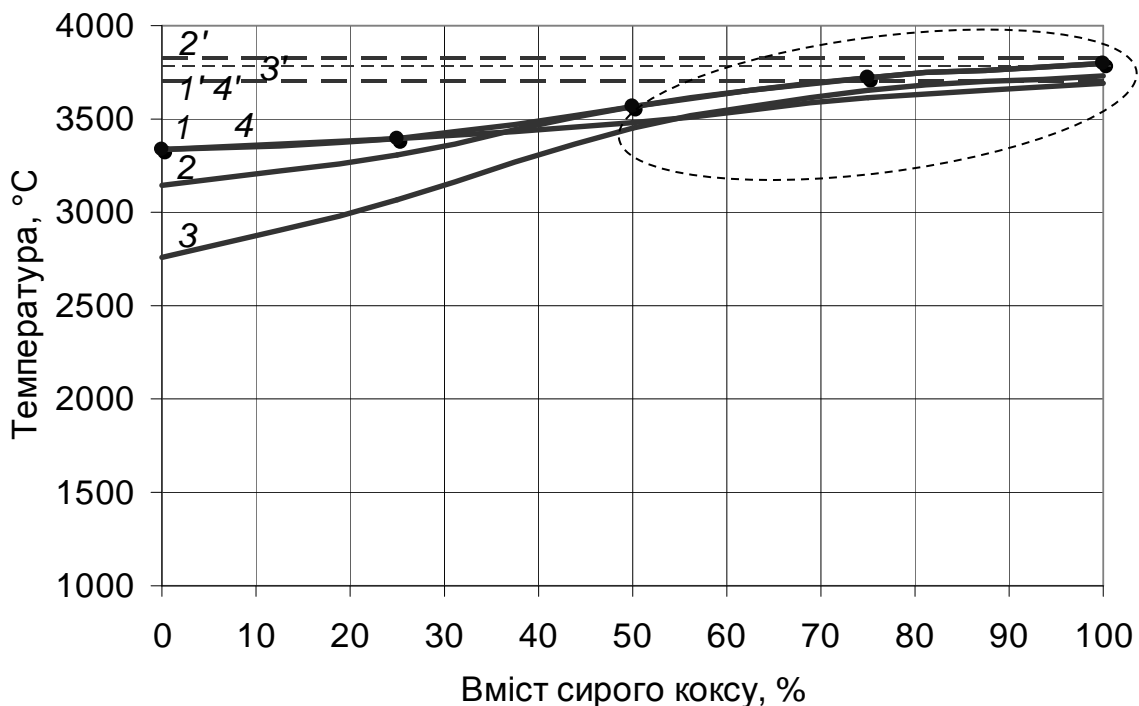


Рис. 4.7. Графік залежності максимуму максимальної температури заготовок по рядах і керну від процентного вмісту сирого коксу в однокомпонентній шихті і для синтетичної теплоізоляційної шихти: 1, 2, 3, 4 – 1-й, 2-й, 3-й ряди заготовок та керн, відповідно, за умови використання однокомпонентної шихти; 1', 2', 3', 4' – 1-й, 2-й, 3-й ряди заготовок і керн, відповідно, при використанні багатокомпонентної шихти

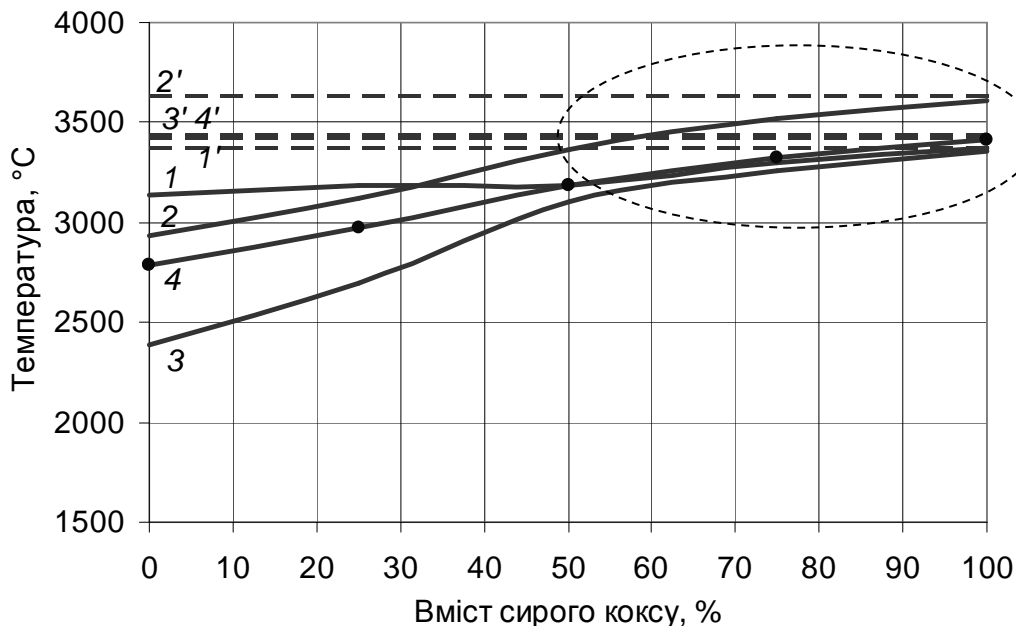


Рис. 4.8. Графік залежності максимальної середньооб'ємної температури заготовок по рядах і керну від процентного вмісту сирого коксу в однокомпонентній шихті і для синтетичної теплоізоляційної шихти: 1, 2, 3, 4 – 1-й, 2-й, 3-й ряди заготовок та керн, відповідно, за умови використання однокомпонентної шихти; 1', 2', 3', 4' – 1-й, 2-й, 3-й ряди заготовок і керн, відповідно, при використанні багатокомпонентної шихти

Якість продукції визначається не тільки рівнем температур, але й максимальними осьовими перепадами в заготовках як протягом всієї кампанії, так і в кінці кампанії (рис. 4.9, 4.10).

За кампанію найменші осьові перепади температури відповідають вмісту сирого коксового дріб'язку на рівні 30–40 % і за модулем не перевищують 500 °C (див. рис. 4.9).

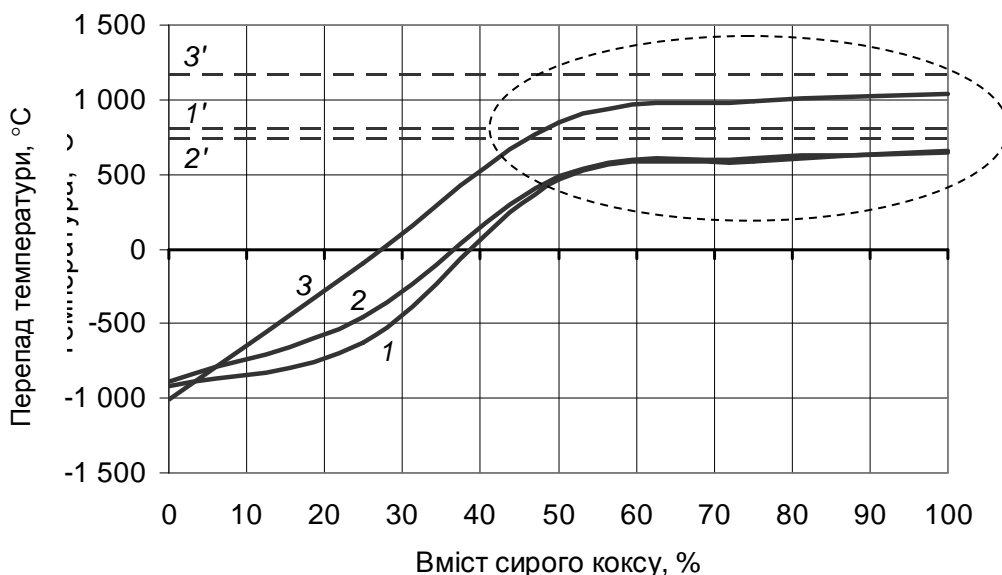


Рис. 4.9. Графік залежності максимального осьового перепаду температури в заготовках по рядах за кампанію від процентного вмісту сирого коксу в однокомпонентній шихті і для синтетичної теплоізоляційної шихти: 1, 2, 3 – 1-й, 2-й, 3-й ряди заготовок, відповідно, за умови використання однокомпонентної шихти; 1', 2', 3' – 1-й, 2-й, 3-й ряди заготовок, відповідно, за умови використання багатокомпонентної шихти

Збільшення вмісту сирого коксового дріб'язку від 0 до 50–60 % приводить до зміни максимального за всю кампанію осьового перепаду температур у заготовках від мінус 1000 °С до 1000 °С. Подальше збільшення частки сирого коксового дріб'язку майже не позначається на значеннях осьового перепаду і на 100 °С менше, ніж при використанні синтетичної шихти.

Наприкінці кампанії найменші осьові перепади температури по заготовках відповідають мінімальному вмісту сирого коксового дріб'язку й не перевищують 240 °С для теплоізоляції, виконаної тільки з графітованого коксового дріб'язку (див. рис. 4.10).

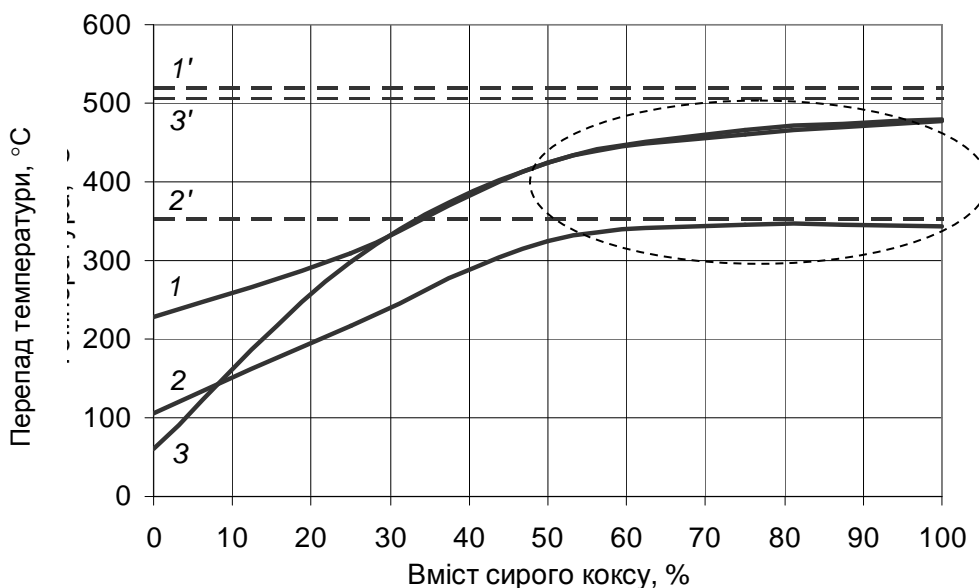


Рис. 4.10. Графік залежності максимального осьового перепаду температури в заготовках по рядах на кінець кампанії від процентного вмісту сирого коксу в однокомпонентній шихті і для синтетичної теплоізоляційної шихти: 1, 2, 3 – 1-й, 2-й, 3-й ряди заготовок, відповідно, при використанні однокомпонентної шихти; 1', 2', 3' – 1-й, 2-й, 3-й ряди заготовок, відповідно, при використанні багатокомпонентної шихти

Збільшення вмісту сирого коксового дріб'язку від 0 до 50–60 % приводить до зміни максимального осьового перепаду температур наприкінці кампанії до 450 °С. Подальше збільшення її частки до 100 % призводить до збільшення максимального осьового перепаду до 480 °С. При використанні синтетичної шихти відповідні температурні перепади перевищують 500 °С.

Аналіз температурних характеристик заготовок показав, що за такими показниками, як «максимальна і мінімальна температура заготовок» використання однокомпонентної шихти знижує якість виробів, а за рівномірністю нагріву заготовок – навіть підвищує. Використання теплоізоляції з вмістом сирого коксового дріб'язку більше 50 % дає змогу проводити процес в рамках технологічних вимог.

На рис. 4.11 наведено зведений графік розрахункової залежності максимальних температур стінок печі та поду від частки сирого коксового дріб'язку в складі однокомпонентної теплової ізоляції. З рис. 4.11 видно,

що температура стінок і поду печі в міру збільшення частки сирого коксового дріб'язку до 50 % стрімко падає, а потім несуттєво змінюється. Але й за великих концентрацій сирого матеріалу температура бічних стінок печі становить більше 1550 °С, а поду – 1400 °С, що більше допустимих температур для використовуваних у конструкції печі шамотних вогнетривів.

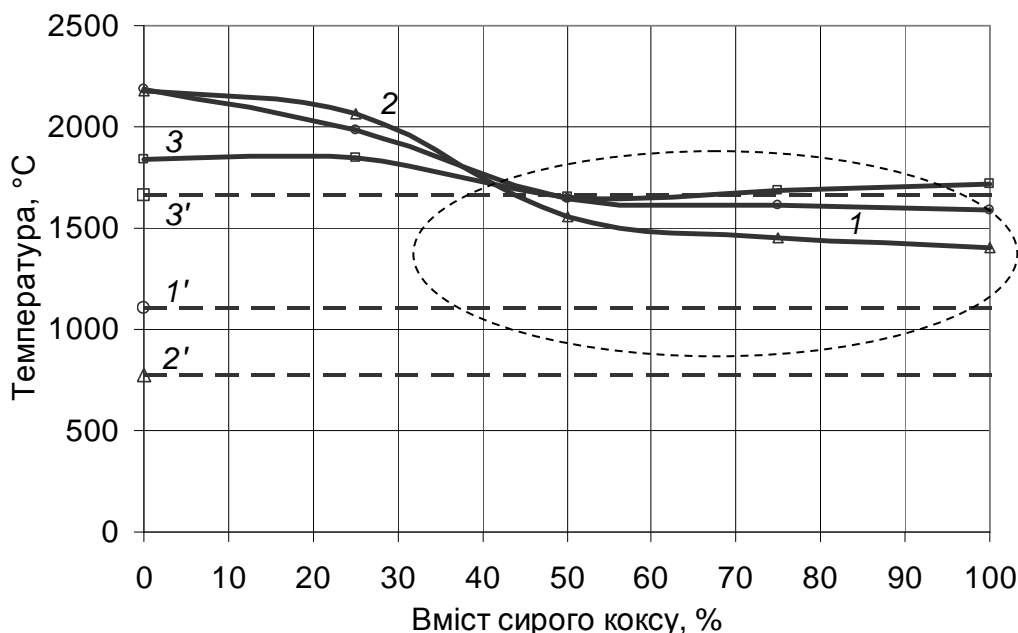


Рис. 4.11. Графік залежності максимальної температури шамотної кладки бокових стін, поду і торцевих стін від процентного вмісту сирого коксу в однокомпонентній шихті і для синтетичної теплоізоляційної шихти: 1, 2, 3 – бічна стіна, під, торцева стіна, відповідно, при використанні однокомпонентної шихти; 1', 2', 3' – бічна стіна, під, торцева стіна, відповідно, при використанні багатокомпонентної шихти

Для визначення можливості зниження температури бічних стін й поду без зміни конструкції печі розглянуто вплив гранулометричного складу теплоізоляції на теплові характеристики печі. Зміна гранскладу позначається на значеннях трьох ефективних властивостей, що входять до системи розрахункових рівнянь:

- ефективної теплопровідності;
- ефективної електропровідності;
- уявної густини.

Було виявлено вплив кожної властивості на температури стінок і поду. Для цього за основу (базу) було взято теплову ізоляцію зі складом сирий/графітований коксовий дріб'язок – 50/50. Потім по черзі змінювалося значення однієї з перерахованих вище властивостей на значення цієї властивості для синтетичної шихти. Всі інші властивості відповідали базовому варіанту. Результати розрахунків для бічних стін і поду наведені в табл. 4.2 і на рис. 4.12, 4.13, відповідно.

Таблиця 4.2. Технологічні параметри при використанні суміші сирого і графітованого коксу 50/50 % розміром фракції 0–10 мм

| Характеристики | Керн | 1-й ряд | 2-й ряд | 3-й ряд |
|---|--------------------|---------|---------|---------|
| Тривалість кампанії, год / Вага садки, т | 72,12 / 91,92 | | | |
| Продуктивність, т/год / УРЭ, кВт·год/т | 1,275/6503 | | | |
| Максимум мінімальної температури t_{\min} , °С | 2414 | 2631 | 2862 | 2414 |
| Максимум максимальної температури t_{\max} , °С | 3290 | 3250 | 3290 | 3217 |
| Максимум середньої температури $t_{\text{ср}}$, °С | 3021 | 3033 | 3145 | 2955 |
| Максимальна неоднорідність температурного поля по заготівках за час кампанії, °С | 1049 | 854 | 603 | 1016 |
| Максимальна неоднорідність температурного поля по заготівках на кінець кампанії, °С | 876 | 619 | 428 | 803 |
| Максимальна швидкість зростання температури для $t < 900$ °С, К/год | 105 | 105 | 83 | 90 |
| Максимальна швидкість зростання температури для $t = 900 \dots 1200$ °С, К/год | 108 | 108 | 81 | 100 |
| Максимальна швидкість зростання температури для $t = 1200 \dots 1700$ °С, К/год | 101 | 94 | 93 | 101 |
| Максимальна швидкість зростання температури для $t = 1700 \dots 2200$ °С, К/год | 107 | 104 | 105 | 107 |
| Максимальна швидкість зростання температури для $t = 2200 \dots 2500$ °С, К/год | 105 | 105 | 104 | 105 |
| Максимальна швидкість зростання температури для $t > 2500$ °С, К/год | 93 | 91 | 93 | 93 |
| Швидкість росту мінімальної температури на кінець кампанії, К/год | 4 | 4 | 4 | 4 |
| Витримка при середній температурі понад 2500 °С на кінець кампанії, год | 35 | 34,5 | 36,75 | 35 |
| Максимальний осьовий перепад за кампанію, °С | | 440 | 319 | 457 |
| Максимальний осьовий перепад на кінець кампанії, °С | | 294 | 212 | 334 |
| Максимум температури шамотної кладки за час кампанії стіна/під/торець, °С | 1935 / 2125 / 1747 | | | |
| ККД печі, % | 26,32 | | | |

З рис. 4.13 видно, що:

1. Зміна ПЕО теплоізоляції майже не позначається на максимальній температурі бічних стін, але максимальна температура поду зменшилася на 80 °С.

2. Зміна теплопровідності теплоізоляції призвела до зниження максимальної температури бічних стін та поду на 130 °С і 150 °С, відповідно.

3. Зміна густини теплоізоляції призвела до зниження максимальної температури бічних стін та поду на 270 °С і 300 °С, відповідно.

4. Найбільший вплив на зміну температури конструкції печі в розглянутому діапазоні зміни властивостей має зміна густини.

Вважаючи, що вплив властивостей адитивний, загальне зниження максимальної температури бічних стін та поду за умови сумарного впливу розглянутих факторів складає більше 400 °С для бічних стін і 500 °С – для поду. У цьому випадку вся шамотна кладка опиняється в зоні температури менше допустимої.

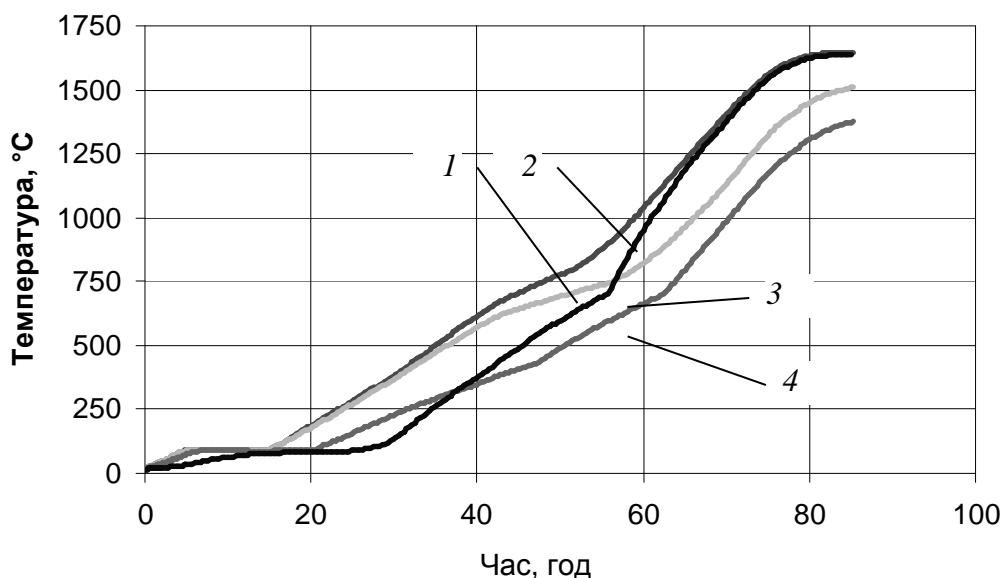


Рис. 4.12. Графік залежності максимальної температури шамотної кладки бокових стін від часу при застосуванні однокомпонентної шихти 50:50 та синтетичної шихти: 1 – 50:50 $\lambda_{\text{синт}}$ в базовому варіанті змінена теплопровідність; 2 – 50:50 базовий варіант; 4 – у базовому варіанті змінена густина; 3 – 50:50 ПЕО в базовому варіанті змінено питомий електричний опір

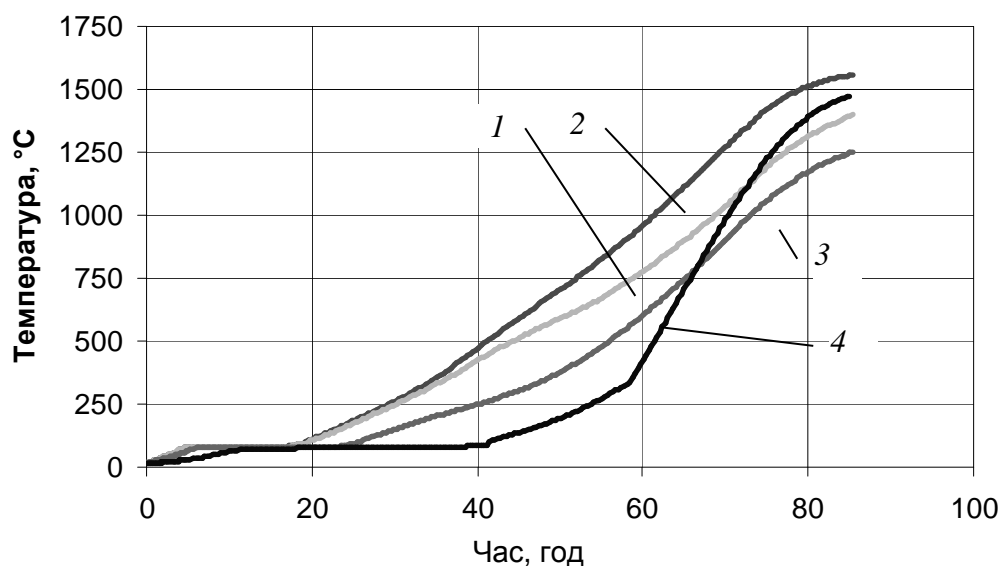


Рис. 4.13. Графік залежності максимальної температури шамотної кладки поду від часу при застосуванні однокомпонентної шихти 50:50 та синтетичної шихти: 1 – 50:50 $\lambda_{\text{синт}}$ у базовому варіанті змінена теплопровідність; 2 – 50:50 базовий варіант; 4 – в базовому варіанті змінена густина; 3 – 50:50 ПЕО в базовому варіанті змінено питомий електричний опір

Визначення максимальних температур стін та поду не дає повного уявлення про температурне поле. На рис. 4.14–4.16 у тривимірному зображенні показані температурні поля стінок і поду всередині печі.

На рис. 4.14 зображено температурне поле печі при використанні базової теплоізоляції, але із зміненою електропровідністю.

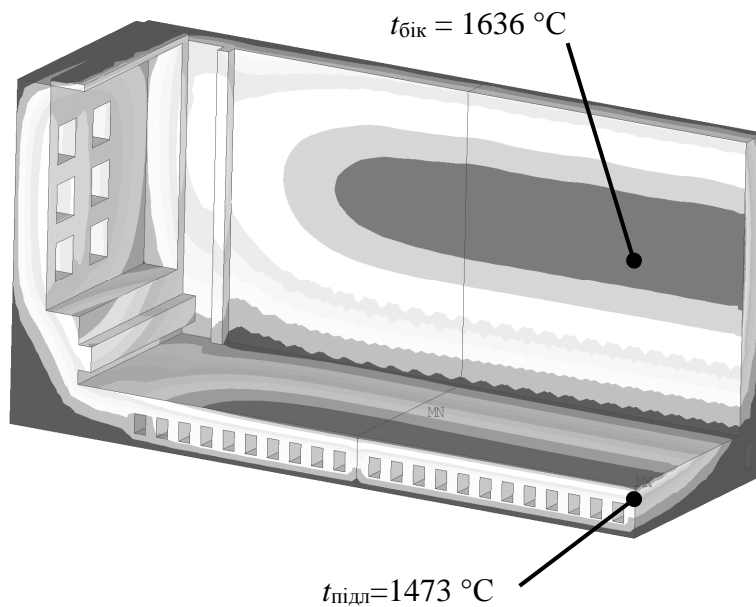


Рис. 4.14. Розподіл максимальної температури шамотної кладки бічної стінки та поду при використанні в числовій моделі як теплоізоляції однокомпонентної шихти (50:50) з ПЕО синтетичної шихти

На рис. 4.15 наведено температурне поле печі при використанні базової теплоізоляції, але зі зміненою теплопровідністю.

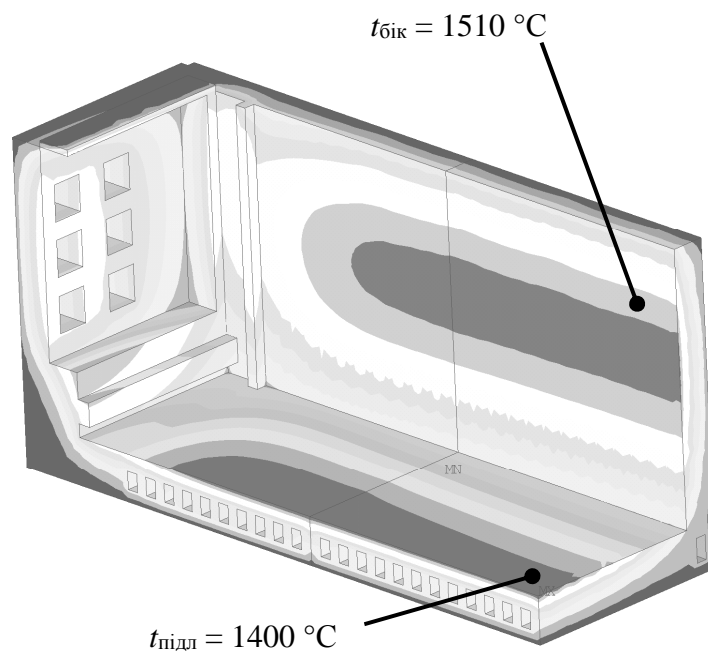


Рис. 4.15. Розподіл максимальної температури шамотної кладки бічної стінки та поду при використанні в числовій моделі як теплоізоляції однокомпонентної шихти (50:50) з теплопровідністю синтетичної шихти

На рис. 4.16 зображено температурне поле печі, при використанні базової теплоізоляції, але із зміненою густиною.

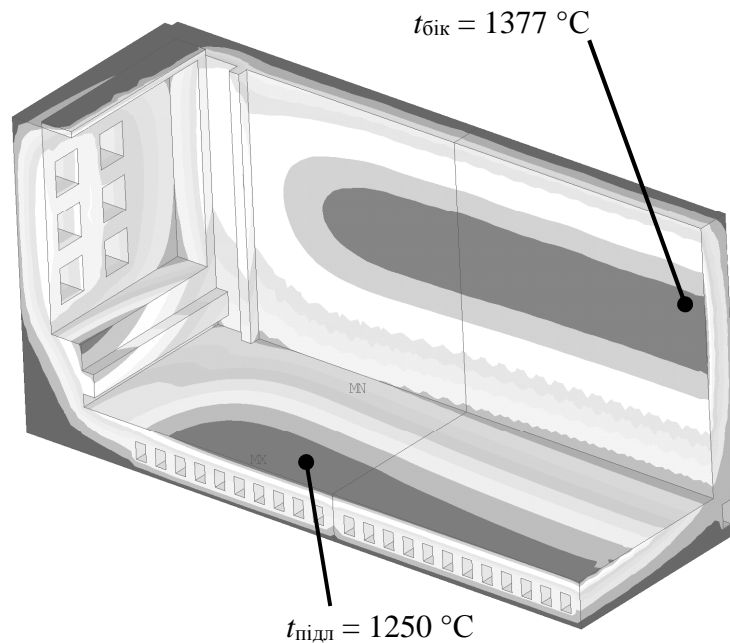


Рис. 4.16. Розподіл максимальної температури шамотної кладки бічної стінки і поду при використанні в числовій моделі як теплоізоляції однокомпонентної шихти (50:50) з густиною синтетичної шихти

На рис. 4.14–4.16 найбільш нагріта область позначена вказівниками. На бічних стінках і на підлозі зазначено максимальну температуру. Области високих температур припадають на середню частину поверхні.

На підставі проведених вимірювань властивостей і розрахунків теплових характеристик печі із заготовками зроблено висновок, що найбільш прийнятним складом однокомпонентної теплоізоляції є шихта із вмістом сирого коксового дріб'язку від 50 % до 60 %. За низького вмісту сирого матеріалу спостерігається стрімке погіршення технологічних параметрів графітування (крім осьового перепаду температур по заготовці); а за більш високого – покращення показників незначне. Для зниження температури стінок та поду доцільно використовувати матеріали дрібних фракцій, що забезпечують максимальну уявну густину.

Найкращі властивості з точки зору теплоізоляції та матеріального складу має сирий коксовий дріб'язок фракцією 0–2 мм [141]. Проведемо дослідження впливу на енергоефективність печей графітування застосування як теплоізоляційної шихти сухого сирого коксу розміром фракції 6–8 мм та 0–2 мм. Графіки апроксимованих температурних залежностей коефіцієнта теплопровідності та ПЕО теплоізоляційної шихти різного складу наведено на рис. 4.17, 4.18.

Для порівняння теплових характеристик печі графітування з різною теплоізоляційною шихтою досліджуваний матеріал приймався сухим (відсутність води). Узагальнені результати розрахунків теплових характеристик печі Ачесона із заготовками при використанні як теплоізоляційної шихти сирого коксу з розміром фракції 6–8 мм наведено в табл. 4.3 (у табл. 4.3 використано такі терміни: 1) «максимум мінімальної температури» – найбільш висока в процесі кампанії температура, вибрана з

мінімальних значень температури в об'ємі ядра і заготовок кожного ряду;
 2) «максимум максимальної температури» – найбільш висока в процесі кампанії температура, вибрана з максимальних значень температури в об'ємі ядра і заготовок кожного ряду).

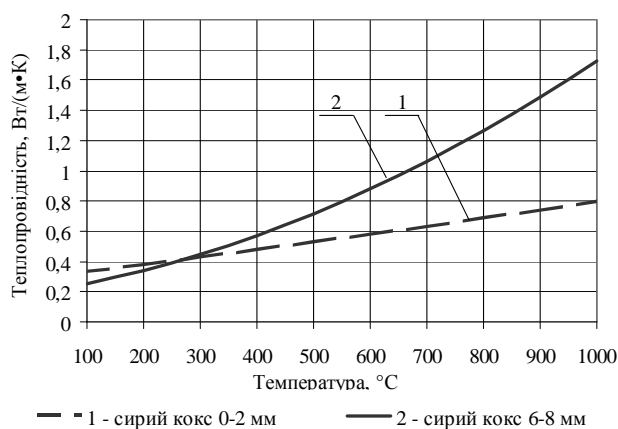


Рис. 4.17. Коефіцієнт теплопровідності сирого коксу різних фракцій

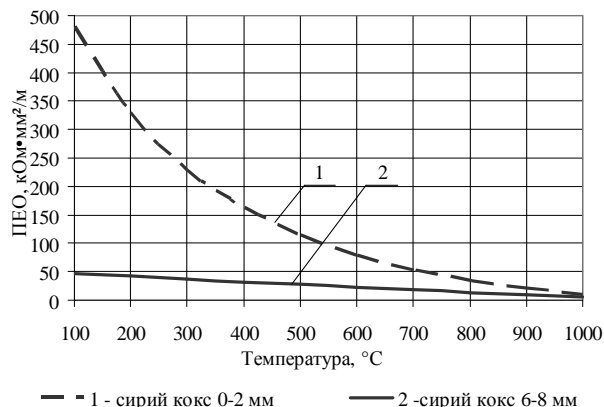


Рис. 4.18. ПЕО сирого коксу різних фракцій

Таблиця 4.3. Результати розрахунку процесу графітування в печі Ачесона при використанні теплоізоляційної шихти з сирого коксу фракцією 6–8 мм

| Характеристики | Керн | 1-й ряд | 2-й ряд | 3-й ряд |
|--|---------------|---------|---------|---------|
| <i>I</i> | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Тривалість кампанії, год / Вага садки, т | 67,25 / 91,92 | | | |
| Продуктивність, т/год / ПВЕ, кВт·год/т | 1,37/6521 | | | |
| Максимум мінімальної температури $t_{\min.}, ^\circ\text{C}$ | 2536 | 2587 | 3118 | 2536 |
| Максимум максимальної температури, $t_{\max.}, ^\circ\text{C}$ | 3623 | 3554 | 3623 | 3562 |
| Максимум середньооб'ємної температури $t_{\text{ср.}}, ^\circ\text{C}$ | 3227 | 3183 | 3417 | 3191 |
| Максимальна неоднорідність температурного поля по заготовках за час кампанії, К | 1307 | 1271 | 666 | 1210 |
| Максимальна неоднорідність температурного поля по заготовках на кінець кампанії, К | 1087 | 967 | 505 | 1026 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t < 900 ^\circ\text{C}$, К/год | 110 | 110 | 97 | 101 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 900\text{--}1200 ^\circ\text{C}$, К/год | 104 | 103 | 83 | 104 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 1200\text{--}1700 ^\circ\text{C}$, К/год | 113 | 100 | 104 | 113 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 1700\text{--}2200 ^\circ\text{C}$, К/год | 117 | 110 | 114 | 117 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 2200\text{--}2500 ^\circ\text{C}$, К/год | 115 | 111 | 114 | 115 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t > 2500 ^\circ\text{C}$, К/год | 103 | 97 | 101 | 103 |
| Швидкість росту мінімальної температури на кінець кампанії, К/год | 8 | 16 | 12 | 8 |

| <i>1</i> | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---|--------------------|-------|------|-------|
| Витримка при середньооб'ємній температурі понад 2500 °С на кінець кампанії, год | 39,5 | 38,25 | 41,5 | 39,75 |
| Максимальний осьовий перепад за кампанію, К | | 750 | 520 | 794 |
| Максимальний осьовий перепад на кінець кампанії, К | | 507 | 360 | 543 |
| Максимум температури шамотної кладки за час кампанії стіна/під/торець, °С | 2002 / 2098 / 1922 | | | |
| ККД печі, % | 33,90 | | | |

Динамічне змінення параметрів, що характеризують теплову зміну стану печі в процесі кампанії, показано на графіках (рис. 4.19). На цих графіках особлива увага приділена зміні середньооб'ємної, мінімальної, максимальної температури заготовок і керна, а також максимальним осьовим перепадам температури заготовок по рядах при використанні сирого коксу фракцією 6–8 мм. На кінець кампанії середньооб'ємна температура заготовок середнього ряду не перевищує 3417 °С, для першого та третього рядів – на рівні 3183 °С і 3191 °С, відповідно; мінімальна й максимальна температура в заготовках середнього ряду вище 3118 °С і 3623 °С, для першого ряду – 2587 °С і 3554 °С, для третього ряду – 2536 °С і 3562 °С.

Найбільший осьовий перепад температури на кінець кампанії мають заготовки третього ряду, який становить 543 К. Для заготовок нижнього ряду осьовий перепад температури не перевищує 507 К, а для середнього – 360 К.

Узагальнені результати обчислення теплових характеристик печі Ачесона та поміщених в неї заготовок при використанні як теплоізоляції сирого коксового дріб'язку фракцією 0–2 мм наведені в табл. 4.4. Динамічне змінення параметрів, що характеризують теплову зміну стану печі в процесі кампанії, показано на графіках (рис. 4.20).

На кінець кампанії середньооб'ємна температура заготовок середнього ряду не перевищує 3472 °С, для першого та третього рядів становить 3301 °С та 3307 °С; мінімальна і максимальна температура, відповідно, у заготовках середнього ряду – 3276 °С і 3619 °С, для першого ряду – 2835 °С і 3575 °С, для третього ряду – 2857 °С і 3584 °С.

Найбільший осьовий перепад температури на кінець кампанії мають заготовки першого та третього ряду – 333 К і 329 К. Для заготовок середнього ряду осьовий перепад температури становить 223 К.

Результати числового моделювання показують неможливість використання сирого коксу фракції 6–8 мм, оскільки це призводить до нагріву шамотної кладки печі вище за температуру її експлуатації та падіння мінімальної температури заготовок на кінець кампанії до значення близького 2500 °С, що не може гарантувати процес графітування.

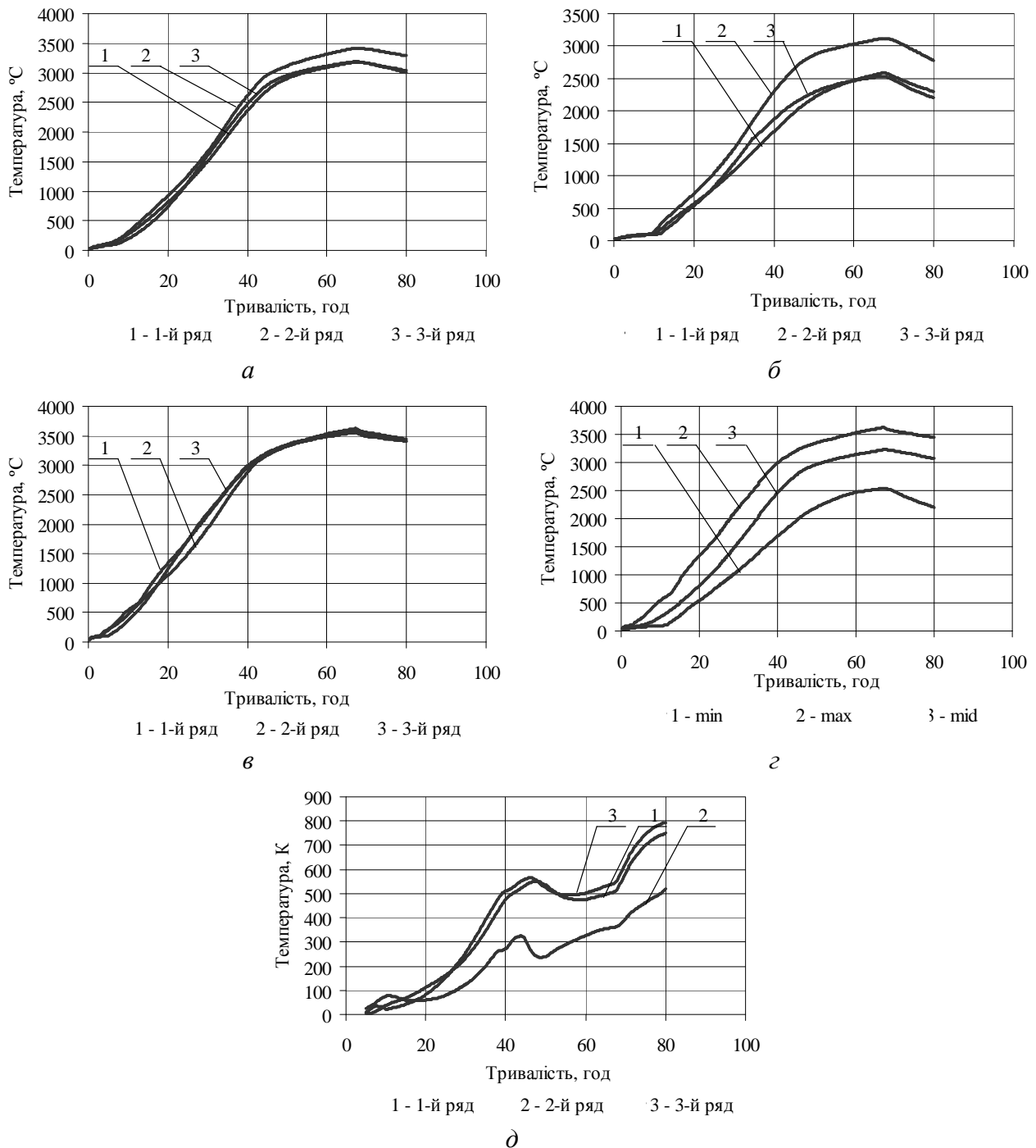


Рис. 4.19. Графіки зміни температурних технологічних параметрів керна та заготовок у процесі кампанії при використанні сирого коксового дріб'язку фракцією 6–8 мм: а – середньооб'ємна температура заготовок рядів; б – мінімальна температура заготовок рядів; в – максимальна температура заготовок рядів; г – температура заготовок; д – максимальний осьовий перепад по рядах

Використання теплоізоляційної шихти з сирого коксу розміром фракцій 0–2 мм дає змогу збільшити ККД печі графітування на 2 % і зменшити неоднорідність температурного поля по заготовках на кінець кампанії на 30 % порівняно з використанням сирого коксу фракції 6–8 мм. Термограми печей з використанням різної теплоізоляційної шихти наведено на рис. 4.21, 4.22, з яких видно, що найбільш рівномірне температурне поле забезпечується при теплоізоляції сирим коксовим дріб'язком фракцією 0–2 мм.

Таблиця 4.4. Результати розрахунку процесу графітування в печі Ачесона при використанні теплоізоляційної шихти на основі сирого коксу фракцією 0–2 мм

| Характеристики | Керн | 1-й ряд | 2-й ряд | 3-й ряд |
|--|---------------|---------|---------|---------|
| Тривалість кампанії, год / Вага садки, т | 71,41 / 91,92 | | | |
| Продуктивність, т/год / ПВЕ, кВт·год/т | 1,29/6520 | | | |
| Максимум мінімальної температури t_{\min} , °С | 2835 | 2835 | 3276 | 2857 |
| Максимум максимальної температури, t_{\max} , °С | 3619 | 3575 | 3619 | 3584 |
| Максимум середньооб'ємної температури $t_{\text{ср}}$, °С | 3333 | 3301 | 3472 | 3307 |
| Максимальна неоднорідність температурного поля по заготовках за час кампанії, К | 1383 | 1343 | 579 | 1134 |
| Максимальна неоднорідність температурного поля по заготовках на кінець кампанії, К | 785 | 741 | 344 | 727 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t < 900$ °С, К/год | 125 | 125 | 112 | 107 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 900\text{--}1200$ °С, К/год | 123 | 123 | 85 | 112 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 1200\text{--}1700$ °С, К/год | 113 | 100 | 105 | 113 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 1700\text{--}2200$ °С, К/год | 115 | 109 | 112 | 115 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 2200\text{--}2500$ °С, К/год | 113 | 109 | 112 | 113 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t > 2500$ °С, К/год | 101 | 96 | 100 | 101 |
| Швидкість росту мінімальної температури на кінець кампанії, К/год | 8 | 8 | 13 | 8 |
| Витримка при середньооб'ємній температурі понад 2500 °С на кінець кампанії, год | 41 | 39,75 | 42,75 | 41,5 |
| Максимальний осьовий перепад за кампанію, К | | 445 | 278 | 442 |
| Максимальний осьовий перепад на кінець кампанії, К | | 333 | 223 | 329 |
| Максимум температури шамотної кладки за час кампанії стіна/під/торець, °С | 1311/941/1772 | | | |
| ККД печі, % | 35,99 | | | |

Оскільки використовуваний сирий кокс після високотемпературної обробки (вище 2300 °С) набуває структури графіту, то для наступного завантаження печі необхідне використання сирого матеріалу, що несе економічні витрати. Зменшити використання сирого коксового дріб'язку можна завдяки підмішуванню до графітованого матеріалу певної частки сирого матеріалу.

Пошук раціонального співвідношення сирого та графітованого коксу, виходячи з важливих характеристик процесу графітування (максимальної, мінімальної та середньооб'ємної температури в заготовках, осьових температурних перепадів за кампанію та енергетичного ККД), показав, що використання суміші графітованого коксу фракцією 0–2 мм з вмістом сирого коксу не менше 50 % (табл. 4.5) супроводжується зменшенням неоднорідності температурного поля в заготовках на кінець кампанії майже на 400 °С порівняно з використанням сирого коксу фракції 0–2 мм. Водночас потрібно зазначити, що в реальних умовах теплоізоляційна шихта містить близько 24 % вологи,

врахування якої при числовому моделюванні показує її суттєвий вплив на теплові характеристики печі графітування. Використання вологої шихти із суміші сирого та графітованого коксового дріб'язку 50/50 % фракційним складом 0–2 мм (табл. 4.6) порівняно з сухою шихтою приводить до зростання ККД печі майже на 4 %, мінімальна температура заготовок зростає більше ніж на 200 °С, зменшується теплове навантаження на шамотну кладку печі (рис. 4.23).

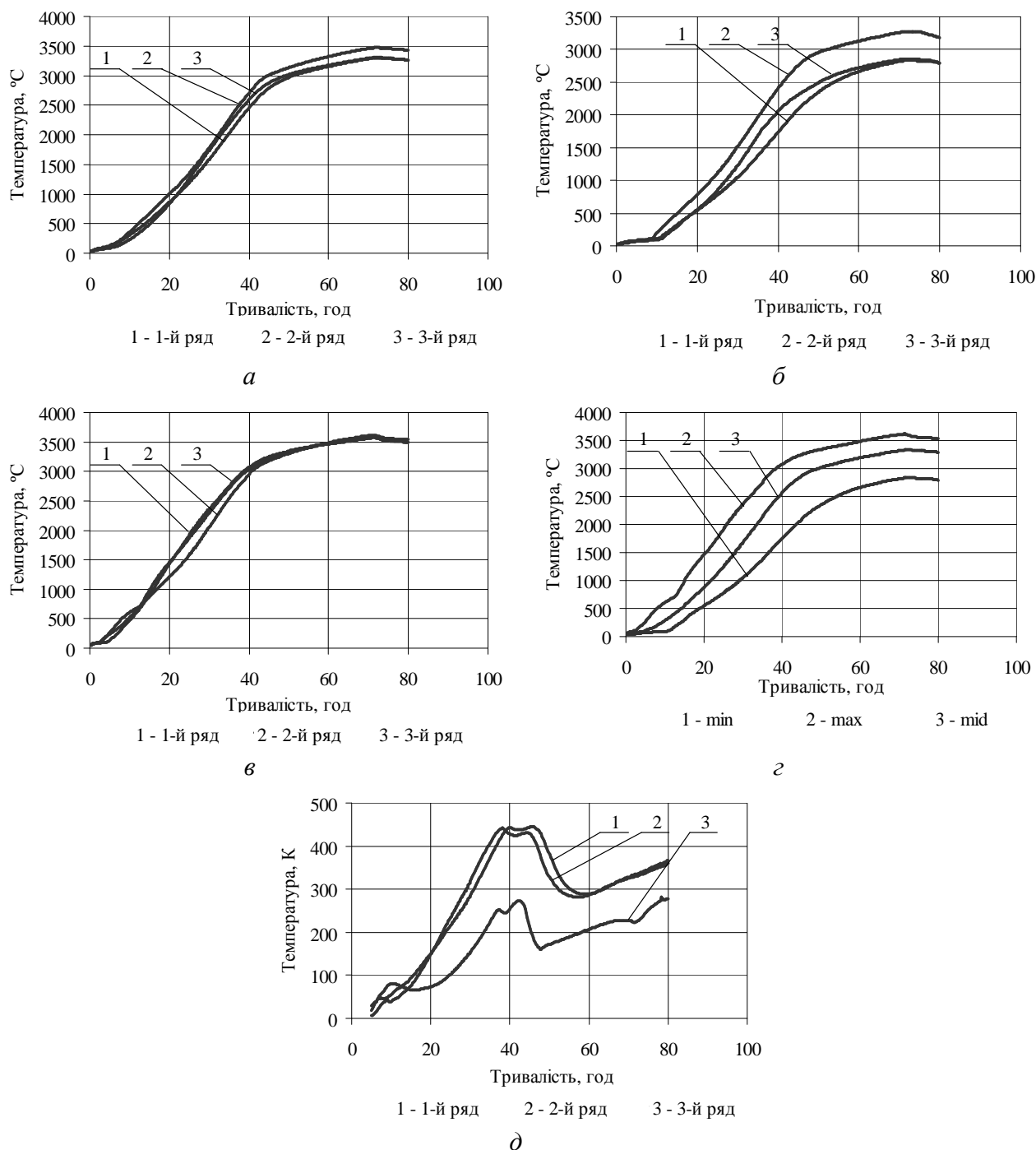


Рис. 4.20. Графіки зміни температурних технологічних параметрів керн та заготовок у процесі кампанії при використанні сирого коксового дріб'язку фракцією 0–2 мм: а – середньооб'ємна температура заготовок рядів; б – мінімальна температура заготовок рядів; в – максимальна температура заготовок рядів; г – температура заготовок; д – максимальний осьовий перепад по рядах

Таким чином, використання результатів дослідження коефіцієнта теплопровідності кам'яновугільного коксу дають змогу здійснювати не тільки термоаудит діючих високотемпературних агрегатів на основі числового моделювання, а й розробляти нову вогнетривку теплоізоляцію на основі сипких вуглецевих матеріалів.

На попередньому етапі дослідження була запропонована оптимальна по ресурсо- та енергозберігаючим параметрах однокомпонентна шихта, що складається зі суміші сирого і графітованого коксу 0–10 мм у співвідношенні 50/50 %.

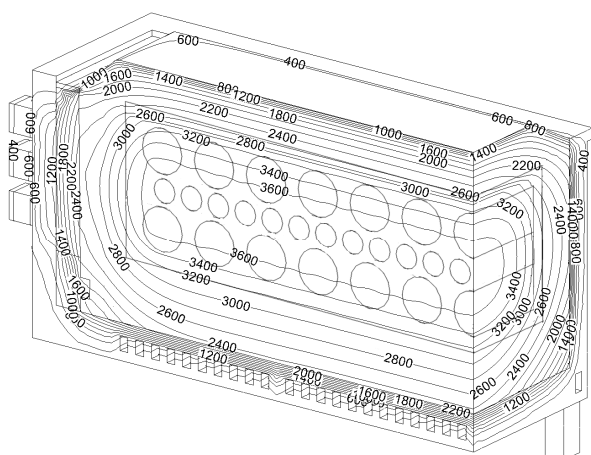


Рис. 4.21. Термограма печі графітування при використанні сирого коксу фракцією 6–8 мм (К)

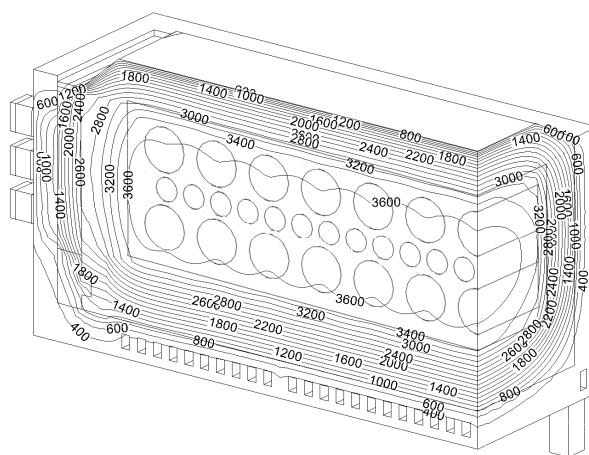


Рис. 4.22. Термограма печі графітування при використанні сирого коксу фракцією 0–2 мм (К)

Таблиця 4.5. Результати розрахунку процесу графітування в печі Ачесона (теплоізоляція – сухий сирий / графітований кокс 50/50 % 0–2 мм)

| Характеристики | Керн | 1-й ряд | 2-й ряд | 3-й ряд |
|--|---------------|---------|---------|---------|
| <i>I</i> | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Тривалість кампанії, год / Вага садки, т | 73,78 / 91,92 | | | |
| Продуктивність, т/год / ПВЕ, кВт·год/т | 1,246/6522 | | | |
| Максимум мінімальної температури t_{\min} , °С | 2451 | 2900 | 2831 | 2451 |
| Максимум максимальної температури, t_{\max} , °С | 3210 | 3210 | 3142 | 3061 |
| Максимум середньооб'ємної температури $t_{\text{ср}}$, °С | 2992 | 3089 | 3051 | 2869 |
| Максимальна неоднорідність температурного поля по заготовках за час кампанії, К | 944 | 789 | 450 | 752 |
| Максимальна неоднорідність температурного поля по заготовках на кінець кампанії, К | 759 | 310 | 311 | 610 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t < 900$ °С, К/год | 99 | 99 | 87 | 93 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 900\text{--}1200$ °С, К/год | 97 | 97 | 56 | 76 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 1200\text{--}1700$ °С, К/год | 100 | 100 | 72 | 72 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 1700\text{--}2200$ °С, К/год | 97 | 97 | 85 | 78 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 2200\text{--}2500$ °С, К/год | 95 | 95 | 74 | 64 |

| <i>I</i> | 2 | 3 | 4 | 5 |
|---|----------------|------|-------|------|
| Максимальна швидкість росту температури для $t > 2500$ °С, К/год | 70 | 70 | 56 | 46 |
| Швидкість росту мінімальної температури на кінець кампанії, К/год | 12 | 8 | 12 | 12 |
| Витримка при середньооб'ємній температурі понад 2500 °С на кінець кампанії, год | 27,5 | 31,5 | 27,75 | 22,5 |
| Максимальний осьовий перепад за кампанію, К | | 69 | 83 | 184 |
| Максимальний осьовий перепад на кінець кампанії, К | | 32 | 36 | 149 |
| Максимум температури шамотної кладки за час кампанії стіна/під/торець, °С | 1613/2220/1646 | | | |
| ККД печі, % | 24,94 | | | |

Таблиця 4.6. Результати розрахунку процесу графітування в печі Ачесона (теплоізоляція – вологий (24 %) сирий / графітований кокс 50/50 % 0–2 мм)

| Характеристики | Керн | 1-й ряд | 2-й ряд | 3-й ряд |
|--|--------------------|---------|---------|---------|
| <i>I</i> | 2 | 3 | 4 | 5 |
| Тривалість кампанії, год / Вага садки, т | 74,53 / 91,92 | | | |
| Продуктивність, т/год / ПВЕ, кВт·год/т | 1,233 / 6504 | | | |
| Максимум мінімальної температури t_{\min} , °С | 2685 | 2872 | 2982 | 2685 |
| Максимум максимальної температури, t_{\max} , °С | 3322 | 3295 | 3322 | 3270 |
| Максимум середньооб'ємної температури $t_{\text{ср}}$, °С | 3118 | 3127 | 3205 | 3072 |
| Максимальна неоднорідність температурного поля по заготовках за час кампанії, К | 894 | 859 | 473 | 788 |
| Максимальна неоднорідність температурного поля по заготовках на кінець кампанії, К | 637 | 423 | 340 | 585 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t < 900$ °С, К/год | 102 | 102 | 86 | 94 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 900$ –1200 °С, К/год | 148 | 148 | 98 | 113 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 1200$ –1700 °С, К/год | 148 | 148 | 99 | 120 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 1700$ –2200 °С, К/год | 112 | 112 | 103 | 110 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t = 2200$ –2500 °С, К/год | 102 | 102 | 99 | 99 |
| Максимальна швидкість росту температури для $t > 2500$ °С, К/год | 89 | 89 | 89 | 87 |
| Швидкість росту мінімальної температури на кінець кампанії, К/год | 8 | 4 | 4 | 8 |
| Витримка при середньооб'ємній температурі понад 2500 °С на кінець кампанії, год | 35,75 | 35 | 37 | 35,75 |
| Максимальний осьовий перепад за кампанію, К | | 177 | 121 | 198 |
| Максимальний осьовий перепад на кінець кампанії, К | | 146 | 98 | 152 |
| Максимум температури шамотної кладки за час кампанії стіна/під/торець, °С | 1353 / 1324 / 1525 | | | |
| ККД печі, % | 28,23 | | | |

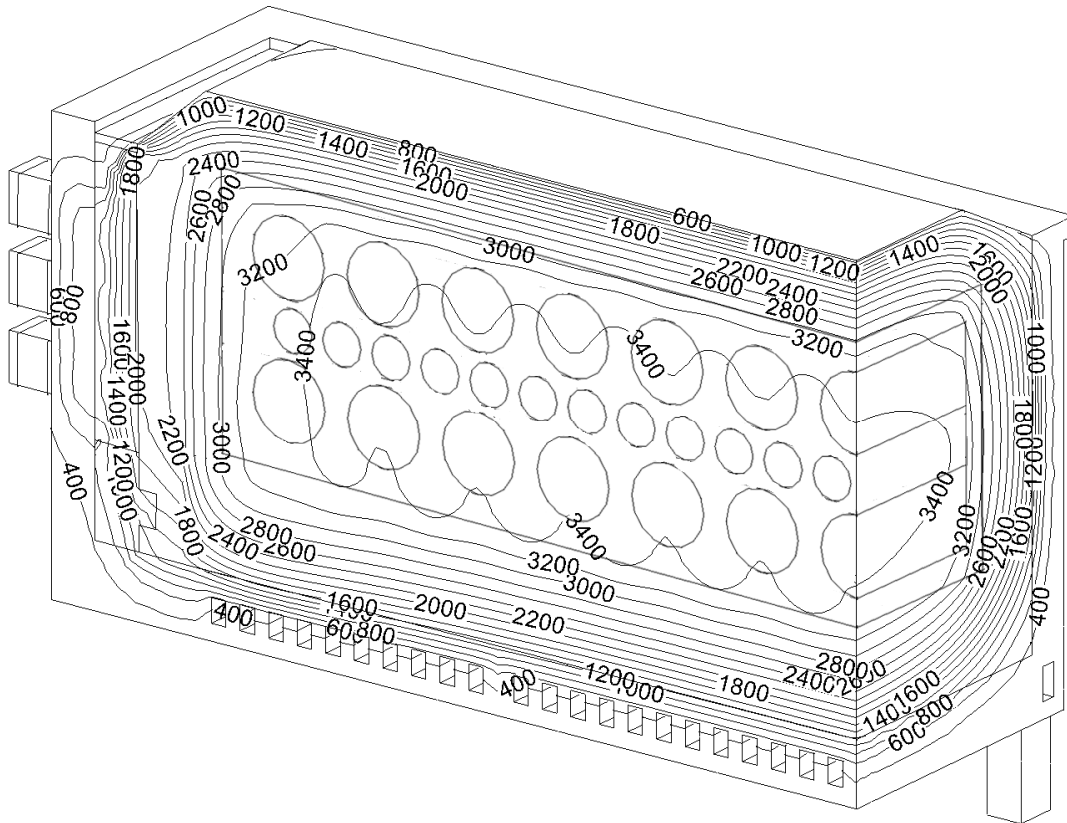


Рис. 4.23. Розподіл температури (К) у печі графітування Ачесона при використанні як теплоізоляції суміші вологого (24 %) сирого / графітованого коксу 50/50 % фракції 0–2 мм

4.3. Експериментальна перевірка нових науково-технічних розробок з футерувальних та теплоізоляційних сипких матеріалів в умовах промислового виробництва

Для експериментальної перевірки впливу фракційного складу теплоізоляції на теплові характеристики печі графітування здійснено шляхом застосування багатокомпонентної теплоізоляційної шихти (кокс, пісок, деревна тирса) та однокомпонентної шихти (кам'яновугільний кокс фракцією 0–10 мм). Дослідження температурних полів проводилися на печі графітування постійного струму при графітуванні заготовок ЭГСП Ø610 мм;

При проведенні експериментів на печах змінного і постійного струму для контролю температур в заготовках використовувалися вольфрам-ренієві термопари. Термопари 1, 2 встановлені по осі заготовки нижнього ряду, 3, 4 – встановлені по осі заготовки верхнього ряду. Крім цього проводився контроль торця заготовки нижнього ряду за допомогою вольфрам-ренієвої термопари 5 і високотемпературного датчика (графітовий блок).

Для оцінки зміни теплового режиму печі графітування при використанні багатокомпонентної та однокомпонентної шихти було проведено порівняння відповідних кампаній – № А та № Б.

Характеристики кампаній на період проведення експерименту наведено в табл. 4.7. Схема замірів наведена на рис. 4.24.

Таблиця 4.7. Характеристики кампаній графітування

| Параметр | Кампанія № А | Кампанія № Б |
|--|-----------------------|-----------------------|
| Завантаження печі, т | 91,9 | 92 |
| Короткий запис режиму, кВт | 1500;200/5700;400/мах | 1500;200/5700;400/мах |
| Максимум потужності ($I_2 \cdot U_2$), кВт | 13300 | 12947 |
| ПВЕ, кВт·год/т | 6500 | 6150 |
| Тривалість кампанії, год | 73,6 | 69 |

Результати порівняння характерних температур для обох кампаній наведено на рис. 4.25.

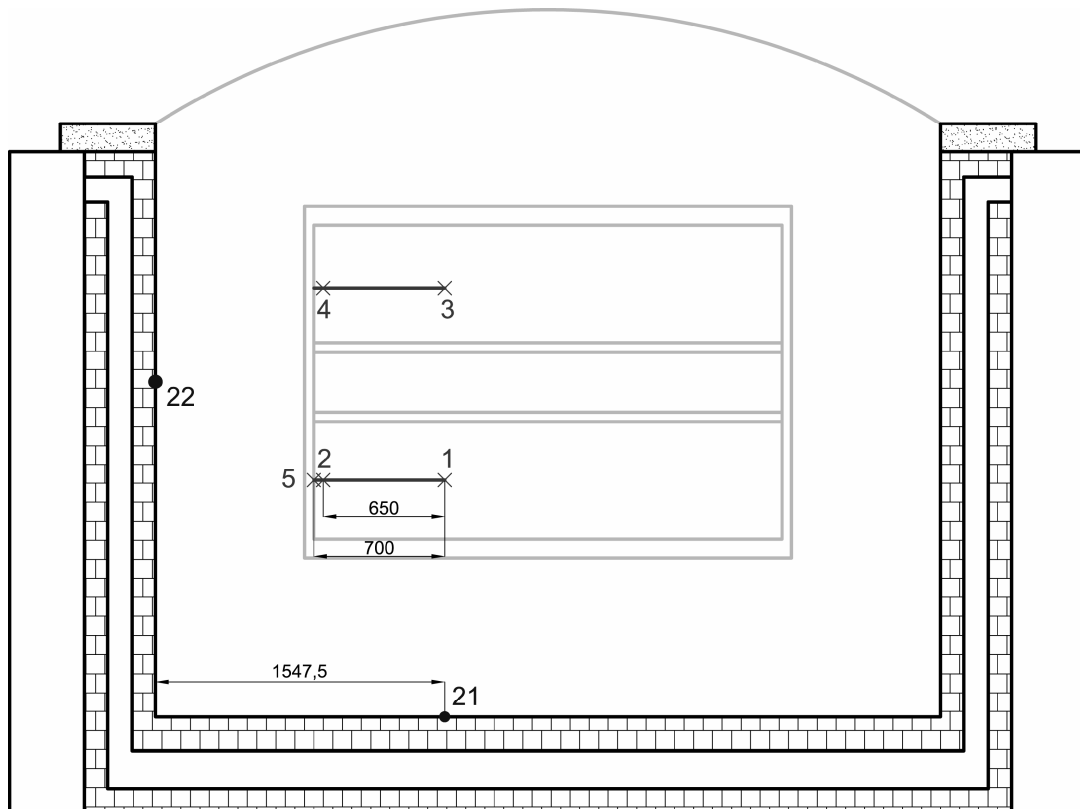


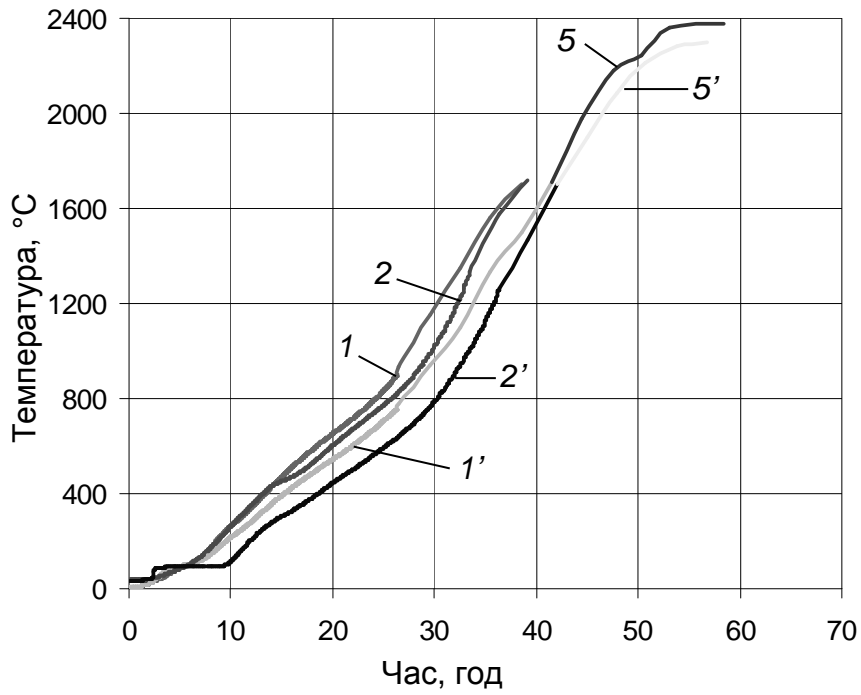
Рис. 4.24. Схема експериментальних вимірювань на печі постійного струму

Аналізуючи результати натурних експериментів, наведених на рис. 4.25, зазначимо, що температура заготовок повільніше збільшується порівняно з температурою теплоізоляції печі при використанні однокомпонентної шихти.

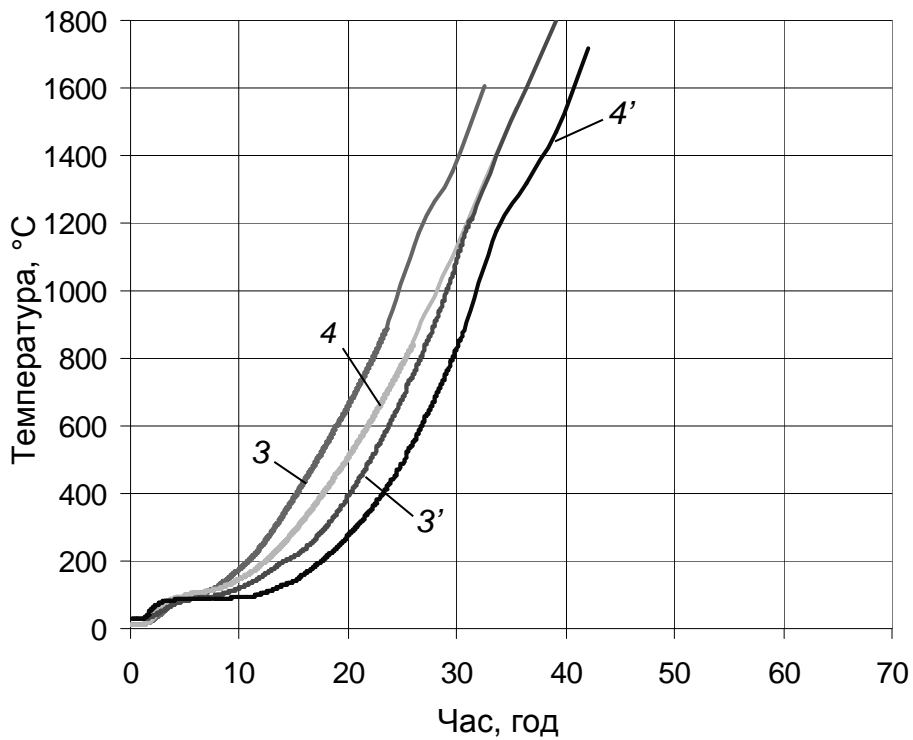
Відомо, що на температуру ядра печі і його теплоізоляції істотний вплив мають:

- режим введення електроенергії, різний на некерованій ділянці для кожної кампанії;
- вологість теплоізоляції;
- неоднорідність властивостей ядрової пересипки;
- наявність утепленого газовловлюючого парасольки та ін.

Тому з метою виключення впливу зазначених чинників проведено порівняння не тільки даних натурних експериментів, а й результатів числового моделювання, верифікованого на основі натурних експериментів.

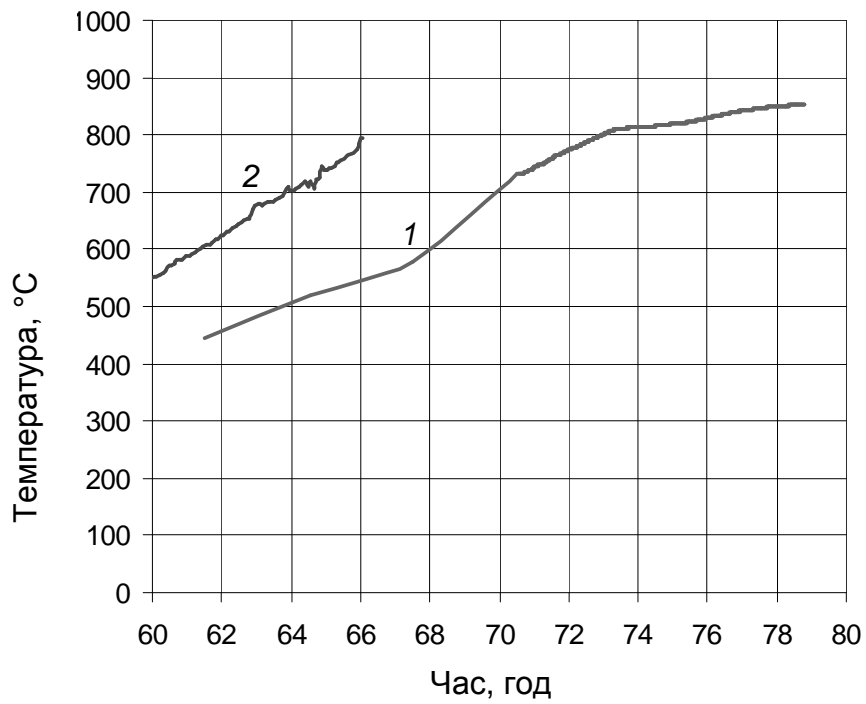


a – температура по осі заготовок нижнього ряду
(позначення згідно зі схемою рис. 4.38)

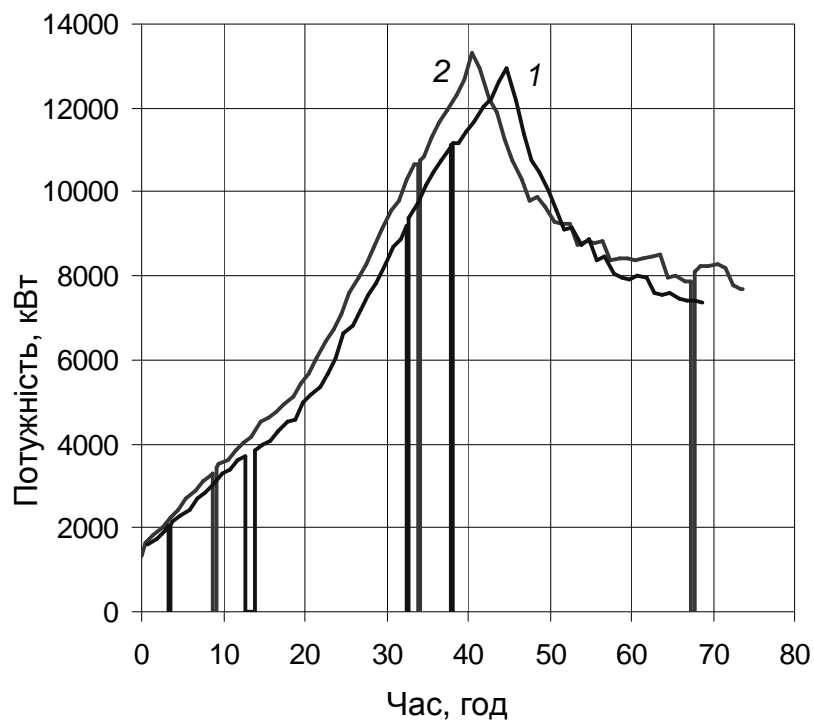


б – температура по осі заготовок верхнього ряду
(позначення згідно зі схемою рис. 4.38)

Рис. 4.25. Характерні температури і графіки введення потужності кампаній № А і № Б (зі штрихом), аркуш 1



ϑ – температура внутрішньої поверхні стінки печі: 1 – багатокомпонентна теплоізоляція;
2 – однокомпонентна теплоізоляція (0–10 мм)



ϱ – регламенти введення потужності: 1 – багатокомпонентна теплоізоляція;
2 – однокомпонентна теплоізоляція

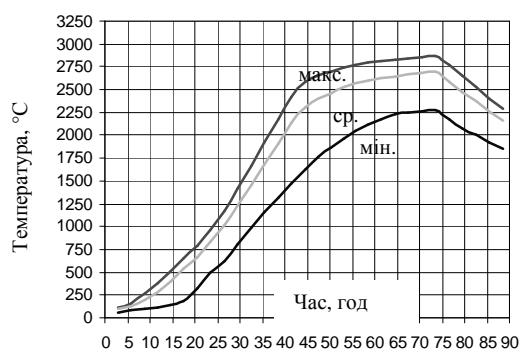
Рис. 4.25: аркуш 2

Модель налаштовувалася з використанням:

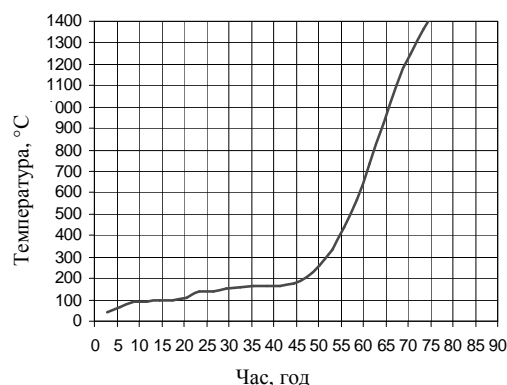
- геометрії печі, керна, теплоізоляційних шарів;
- коефіцієнтів тепловіддачі, вологості шихти і сирого коксу;
- обліку роботи печі з утепленням газовловлюючої парасольки;
- нових теплоізоляційних властивостей шихти.

Результати розрахунку наведено на рис. 4.26 і 4.27.

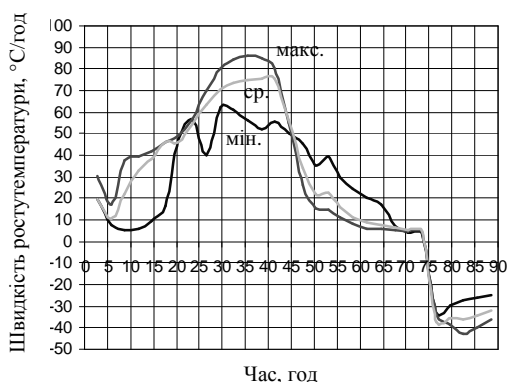
Проводячи порівняльний аналіз, можна зробити висновок про вплив типу теплоізоляційної шихти на тепловий режим роботи печі.



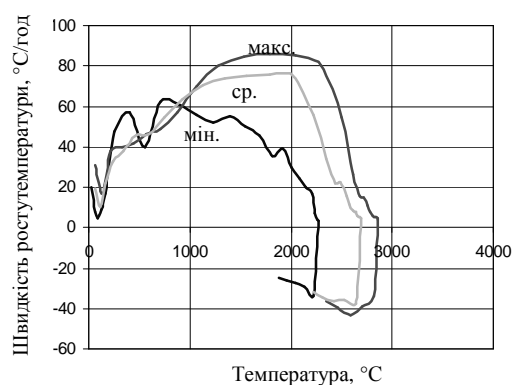
а – температура керна печі



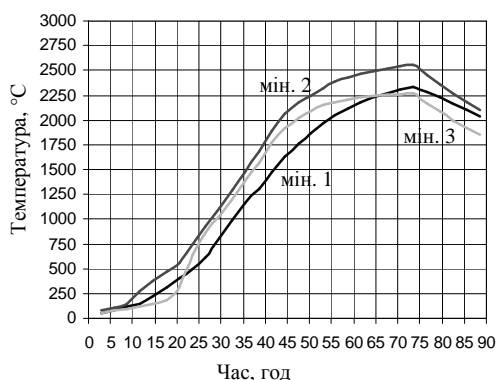
б – температура стінки печі



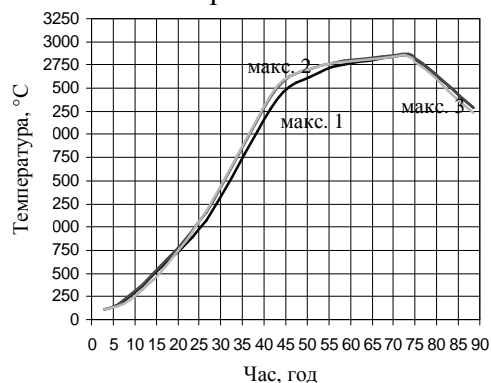
в – швидкість зростання температури керна печі



г – швидкість зростання температури керна печі

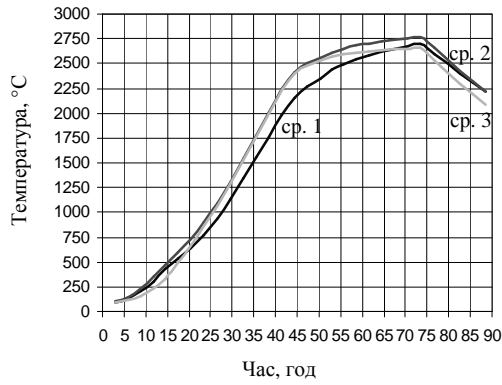


д – температура рядів заготовок (мін.)

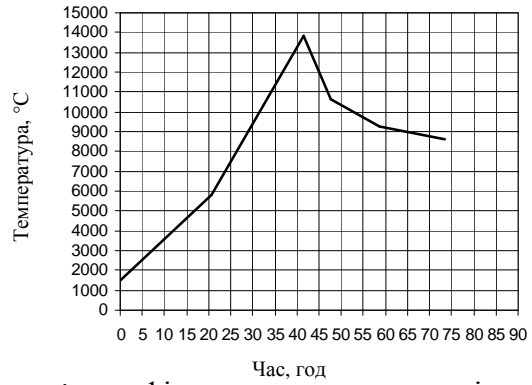


е – температура рядів заготовок (макс.)

Рис. 4.26. Характерні температури і швидкість їх зміни (кампанія № А), аркуш 1

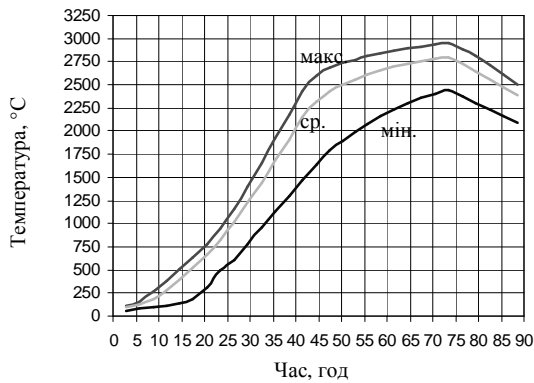


ж – температура рядів заготовок (середня)

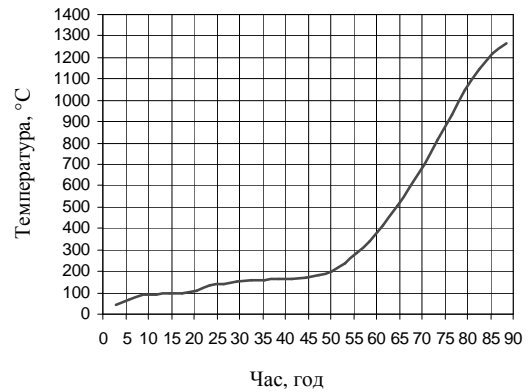


і – графік введення потужності

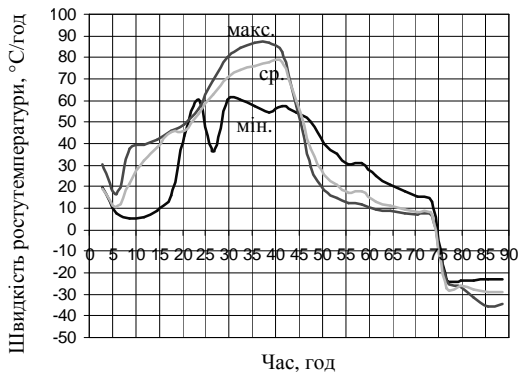
Рис. 4.40: аркуш 2



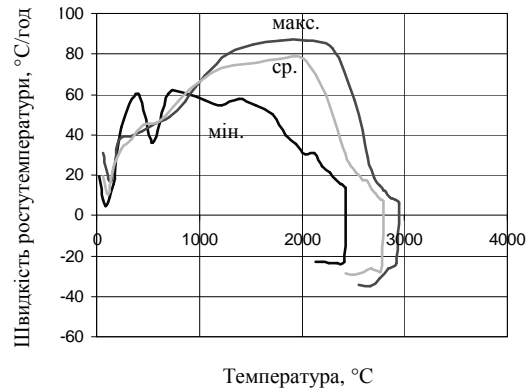
а – температура керна печі



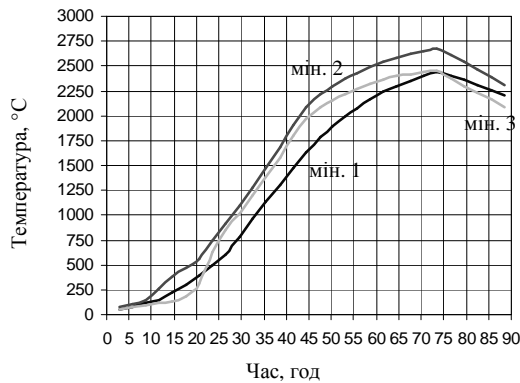
б – температура стінки печі



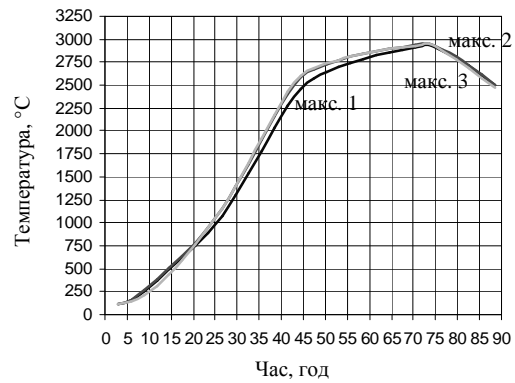
в – швидкість зростання температури керна



г – швидкість зростання температури керна

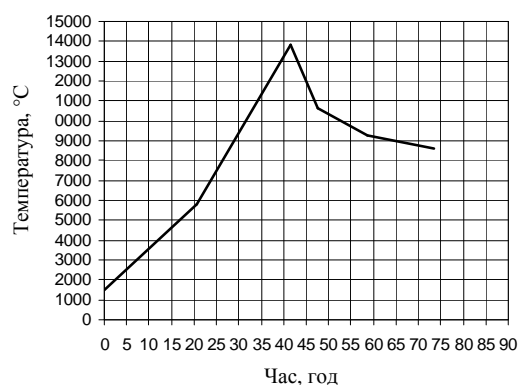
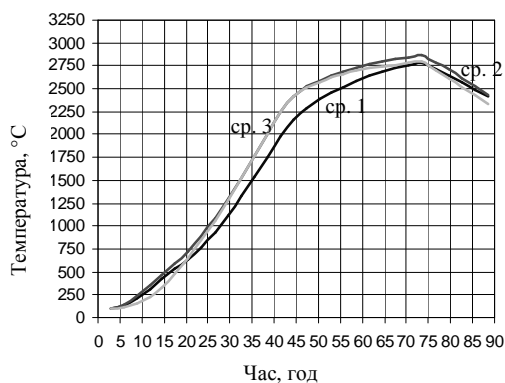


д – температура рядів заготовок (мін.)



е – температура рядів заготовок (макс.)

Рис. 4.27. Характерні температури і швидкість їх зміни (кампанія № Б), аркуш 1



ж – температура рядів заготовок
(середня)

i – графік введення потужності

Рис. 4.27: аркуш 2

Результати порівняння наведені на рис. 4.28 і в табл. 4.8.

Таблиця 4.8. Порівняння характерних температур печі для кампаній з базовою багатокомпонентною теплоізоляційною шихтою та однокомпонентною теплоізоляційною

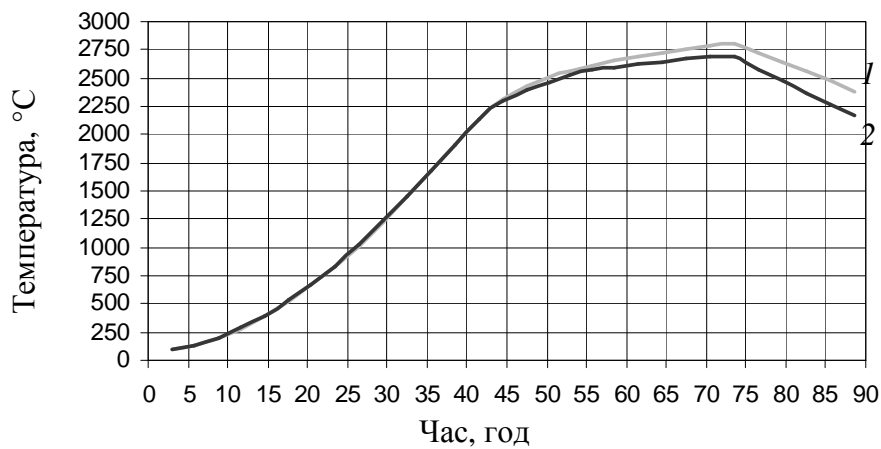
| Максимум середньої по перерізу температури керна t_{cp} , °C | Максимум мінімальної по перерізу температури керна t_{min} , °C | Максимум максимальної по перерізу температури керна, t_{max} , °C | Час витримки керна при температурі вище $t_{cp} > 2500^{\circ}C$, год | Швидкість зростання середньої по перерізу температури для $t_{cp} < 1100^{\circ}C$, °C/год | Швидкість зростання середньої по перерізу температури для $t_{cp} = 1100^{\circ}C \dots 1700^{\circ}C$, °C/год | Швидкість зростання середньої по перерізу температури для $t_{cp} > 1700^{\circ}C$, °C/год | Максимум середньої по перерізу температури заготовок нижнього ряду $t_{рн}$, °C | Час витримки заготовок нижнього ряду при $t_{рн} > 2500^{\circ}C$, год | Максимум середньої по перерізу температури заготовок верхнього ряду $t_{рв}$, °C | Час витримки заготовок нижнього ряду при $t_{рн} > 2500^{\circ}C$, год | Максимум температури внутрішньої поверхні бічної стінки печі, $t_{ст}$, °C |
|--|---|---|--|---|---|---|--|---|---|---|---|
| 2804 | 2440 | 2957 | 35,0 | 13-70 | 70-80 | < 80 | 2783 | 30 | 2792 | 36 | 1268 |
| 2695 | 2271 | 2869 | 27,0 | 13-70 | 70-78 | < 78 | 2695 | 24 | 2657 | 28 | 1525 |
| 109 | 169 | 88 | 8 (29%) | | | | 88 | 6(25%) | 135 | 8(28%) | -257 |

Як видно з рис. 4.28 і табл. 4.8 при застосуванні однокомпонентної теплоізоляційної шихти порівняно з багатокомпонентною:

- істотно зменшується температура керна печі (в середньому на 109 °C);
- зменшується час витримки керна при високих температурах (у середньому на 8 год – 29 %);
- збільшується температура на внутрішній поверхні шамотної стінки печі.

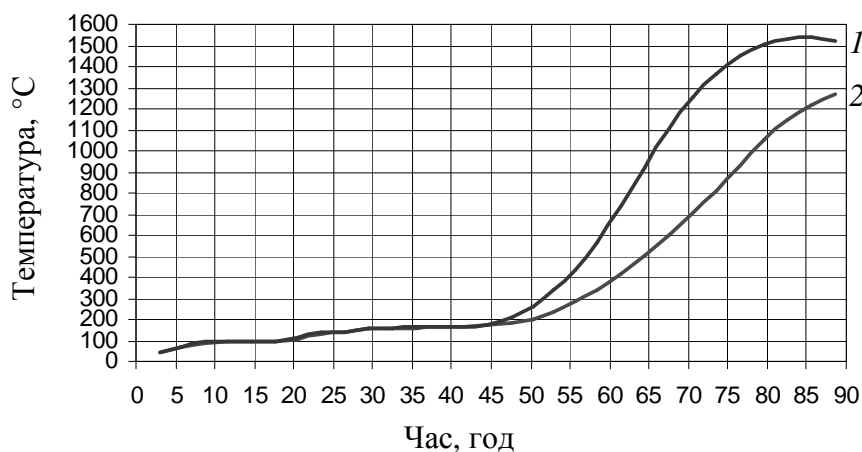
Отже, отримані результати при використанні однокомпонентної теплоізоляційної шихти на основі кам'яновугільного коксового дріб'язку фракційним складом 0–10 мм не дають змогу досягти бажаних показників теплового стану печі графітування. Кращі теплоізоляційні властивості багатокомпонентної шихти обумовлені не тільки низьким значенням теплопровідності, а й високим значенням насипної густини, що у свою чергу

досягається значним вмістом піску. Проведені дослідження насипної густини різних фракцій коксового дріб'язку дали змогу досягти наближених показників до багатокомпонентної шихти при застосуванні фракції 0–2 мм як теплоізоляційної шихти (див. табл. 3.6).



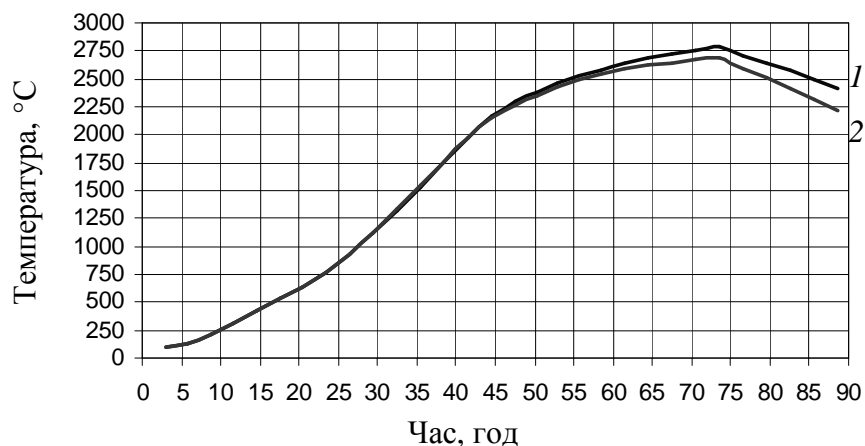
a – температура ядра печі (середня):

1 – багатокомпонентна теплоізоляція; 2 – однокомпонентна теплоізоляція



б – температура стінки печі:

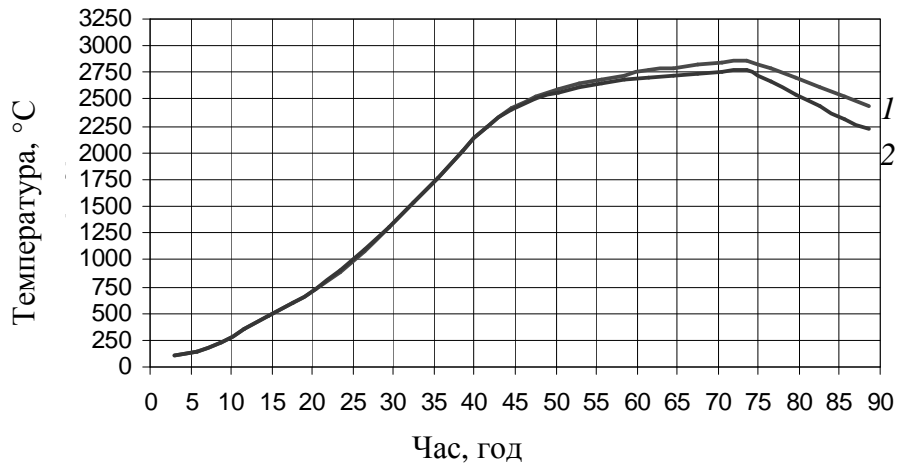
1 – багатокомпонентна теплоізоляція; 2 – однокомпонентна теплоізоляція



в – температура 1 ряду заготовок (середня):

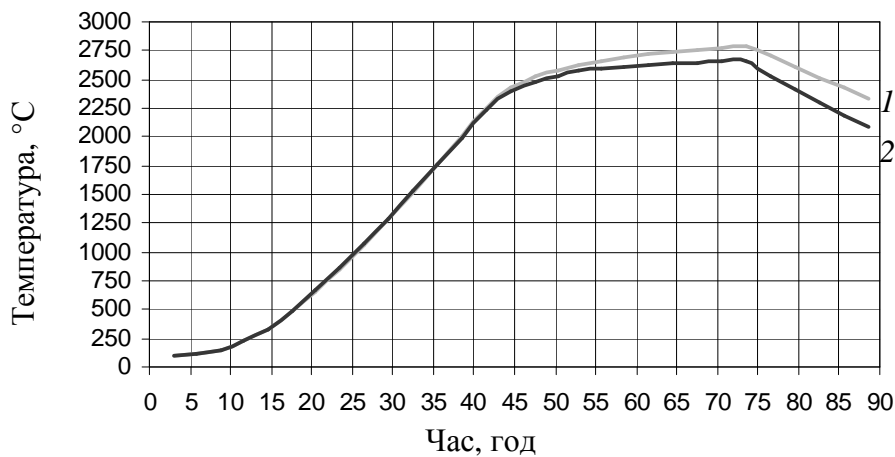
1 – багатокомпонентна теплоізоляція; 2 – однокомпонентна теплоізоляція

Рис. 4.28. Порівняння характерних температур печі для кампаній з багатокомпонентною та однокомпонентною шихтою, аркуш 1



ε – температура 2 ряду заготовок (середня):

1 – багатокомпонентна теплоізоляція; 2 – однокомпонентна теплоізоляція



δ – температура 3 ряду заготовок (середня):

1 – багатокомпонентна теплоізоляція; 2 – однокомпонентна теплоізоляція;

Рис. 4.28: аркуш 2:

Числові розрахунки теплового стану печі графітування при використанні суміші сирого та графітованого матеріалу фракційним складом 0–2 мм, наведені в підрозділі 4.2 і доводять можливість зниження температури стінки печі до значень, що відповідають експлуатаційним характеристикам використовуваної шамотної кладки.

4.4. Висновки до розділу 4

1. На підставі результатів числового аналізу теплоелектричного стану печі Ачесона показано, що однокомпонентну теплоізоляцію доцільно використовувати з вмістом сирого коксового дріб'язку не менше 50 %. У цьому випадку порівняно з використанням синтетичної шихти спостерігається прийнятне зниження температури заготовок (середньоб'ємна температура по всіх рядах зменшилася з 3470 °С до 3220 °С, але і суттєво вирівнюється – по осі заготовки (перепад температури по всіх рядах заготовок зменшився на 580 °С). Використання шихти з вмістом сирого коксового дріб'язку більше 60 %

економічно не доцільно, тому що за великих концентрацій сирого коксового дріб'язку (більш ніж 60 %) покращення показників стає незначним.

2. На основі результатів вимірювання теплофізичних властивостей та числового моделювання температурних полів в об'ємі печі графітування Ачесона підібрано ресурсоенергозберігаючу вуглецеву теплоізоляційну шихту, що представляє собою суміш сирого та графітованого коксу 50/50 % фракційним складом 0–2 мм.

3. Проаналізовано особливості фізико-хімічних процесів, що проходять у печах випалювання та графітування електродних виробів. Проведено теоретично- експериментальні дослідження екологічного стану випалювальних і графітувальних печей. Виконано аналіз отриманих експериментальних даних, на підставі якого встановлено температурні і часові залежності концентрації монооксиду вуглецю на випалювальних і графітувальних печах. Визначено основні джерела утворення монооксиду вуглецю: недоокиснених вуглецевих матеріалів, ароматичних і смолистих речовин зв'язуючого заготовок. Розроблено комплекс науково-технічних заходів, що дають змогу знизити концентрацію викидів монооксиду вуглецю на пічному обладнанні ПрАТ «Укрграфіт», які включають: зменшення площі контакту димових газів з вуглецевими матеріалами; модернізація графіка випалу; впорскування води і застосування каталізатора за місцем інтенсивного газовиділення; каталітичне окиснення; хімічна нейтралізація; допалювання відхідних газів.

4. Проведене експериментальне дослідження зі встановлення температурної залежності концентрації монооксиду вуглецю при нагріванні багатокомпонентної та однокомпонентної теплоізоляційної шихти, що дало змогу встановити зниження викидів СО більш ніж на 20 % при використанні однокомпонентної шихти на основі кам'яновугільного коксового дріб'язку розміром фракції 0–10 мм.

ВИСНОВКИ І РЕКОМЕНДАЦІЇ

Головним результатом проведених авторами досліджень є вирішення важливої науково-технічної задачі створення нової рецептури футерівок і теплоізоляції з поліпшеними властивостями, що забезпечує заощадження енергетичних і матеріальних ресурсів та зменшення викидів шкідливих речовин у довкілля.

1. Проаналізовано сучасні світові тенденції виготовлення та застосування вогнетривкої теплоізоляції для вуглеграфітового виробництва, а також застосування числового моделювання фізичних полів печей електродного виробництва для визначення експлуатаційної придатності нових видів вогнетривкої футерівки, пересипки й теплової ізоляції. Встановлено необхідність заміни багатокомпонентної теплоізоляційної шихти на однокомпонентну на основі кам'яновугільного коксу раціонального фракційного складу.

2. Розроблено фізичні моделі робочих вузлів установок та проведено числовий аналіз їх теплоелектричного стану, на основі якого оптимізовані конструкції проєктованих установок та розраховані систематичні похибки вимірювання коефіцієнта теплопровідності та ПЕО. З врахуванням результатів числового моделювання розроблені установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності та ПЕО сипкого вуглецевого матеріалу гранулометричним складом до 15 мм у температурному діапазоні до 1300 К.

3. Установка для визначення коефіцієнта теплопровідності вуглецевих сипких матеріалів пройшла метрологічну сертифікацію в ДП «Укрметртестстандарт» з похибкою вимірювання не більше 15 % за довірчої ймовірності $W = 0,99$.

4. На підставі теоретичних та експериментальних досліджень виявлено кількісний вплив матеріального та гранулометричного складу, вологості матеріалу, умов монтажу футерівки й теплоізоляції на такі властивості матеріалів як теплопровідність, електропровідність в інтервалі температур від 300 К до 1300 К, що дало змогу сформулювати основні вимоги до фізичних властивостей футерувальних і теплоізоляційних електродного виробництва.

5. Визначено залежність фізичних властивостей (теплопровідність, електропровідність) використовуваних матеріалів від гранулометричного, матеріального складу та тиску. Отримано експериментальні дані з температурної залежності коефіцієнта теплопровідності сумішей сирого та графітованого коксового дріб'язку з різним відсотковим співвідношенням (100:0; 75:25; 50:50; 25:75; 0:100) гранулометричним складом 0–10 мм. Одержано двопараметричні залежності коефіцієнта теплопровідності від температури та розміру фракцій (0–2; 2–4; 4–6 і 6–8 мм) для сирого та графітованого коксового дріб'язку. Отримані результати дослідження відповідають умовам тиску 27 кПа.

6. Отримано температурні залежності питомого електричного опору теплоізоляційної шихти на основі суміші сирого та графітованого коксового дріб'язку в різних пропорціях, сирого та графітованого коксового дріб'язку різного фракційного складу, які приведені до умов стиску 27 кПа. Одержано

залежності коефіцієнта теплопровідності та ПЕО сирого коксу різного фракційного складу при тиску до 54 кПа та температурі до 1300 К.

7. Визначено кореляційні залежності між теплопровідністю та електропровідністю. З використанням отриманих результатів вимірювання коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору розраховано емпіричні кореляційні залежності добутку значень теплопровідності та густини ($\lambda\rho$) від температури та фракційного складу для досліджуваного коксу.

8. Виконано розрахунки значень теплопровідності та електропровідності при різному фракційному та структурному складі вуглецевої футерівки та теплоізоляції, які необхідні для відпрацювання рецептури футерівки за допомогою виконання числового аналізу теплоелектричного стану печей графітування.

9. На підставі методу дискретного елемента виконано числовий аналіз фізичних властивостей сипкого матеріалу: ефективних значень коефіцієнтів тепло- і електропровідності та проведено порівняння з експериментальними даними. В результаті проведених досліджень встановлено, що для засипки з коксового дріб'язку з фракційним складом 3–7 мм в діапазоні температури 200–800 °С відхиленням результатів розрахунків фізичних властивостей від експериментальних даних не перевищує 13 %. Розроблено рекомендації щодо застосування числових методів для дослідження фізичних властивостей сипких матеріалів.

10. На підставі числового аналізу теплоелектричного стану печей Ачесона з використанням шихти різного фракційного та структурного складу розроблено новий склад вуглецевих сипких матеріалів для футерування й теплоізолювання. Розроблена ресурсоенергоєфективна однокомпонентна теплоізоляційна шихта на основі суміші сирого та графітованого коксового дріб'язку в співвідношенні 50/50 % і фракцією 0–2 мм.

11. Проаналізовано вплив розроблених матеріалів на викиди оксиду вуглецю, якість електродної продукції, продуктивність та ПВЕ графітувальних печей. Експериментально підтверджено зменшення викидів монооксиду вуглецю більше ніж на 20 % при використанні однокомпонентної теплоізоляційної шихти порівняно з багатоконпонентною.

12. Проведено перевірку розробленої рецептури теплоізоляційної шихти із застосуванням експериментальних даних та даних числового моделювання, в результаті якої встановлено збільшення максимуму мінімальної температури керна на 3 % та зменшення максимальної неоднорідності температурного поля по заготовках за час кампанії більш ніж у двічі.

13. Встановлено, що завдяки впровадженню рецептури теплоізоляційної шихти у виробництво очікується підвищення конкурентоздатності підприємства в цілому, завдяки зменшення енергетичних та матеріальних витрат на підготовку та використання розробленої теплоізоляційної шихти. При цьому також зменшується техногенний вплив на довкілля, що відповідає концепції сталого розвитку.

Використання запропонованих методик та експериментальних установок не обмежується тільки можливістю дослідження вогнетривких сипких

матеріалів на основі вуглецю. Завдяки своїй універсальності, результати досліджень можуть бути використані для розроблення нових видів сипких вогнетривів на основі оксидів металів.

З використанням отриманих даних з фізичних властивостей вуглецевих футерівок і теплоізоляції можна визначати раціональні технічні рішення при розробці нових або модернізації діючих конструкцій високотемпературних агрегатів інших галузей промисловості.

ПЕРЕЛІК ПОСИЛАНЬ

1. *Кащеев И. Д., Стрелов К. К., Мамыкин П. С.* Химическая технология огнеупоров : учеб. пособие. Москва : Интермет Инжиниринг, 2007. 752 с.
2. *ASTM Volume 15.01. Refractories; Activated Carbon, Advanced Ceramics.* March 2013.
3. *Pierson H. O.* Handbook of chemical vapor deposition (CVD): principles, technology, and applications. Norwich, New York : William Andrew, 1999. 506 p.
4. *Charles A. Schacht.* Refractories Handbook. New York : Marcel Dekker, Inc., 2004. 500 p.
5. *Routschka G.* Handbook of Refractory Materials. New York : Hartmut Wuthnow, 2012. 344 p.
6. *Будников П. П.* Химическая технология огнеупоров и керамики. Москва : Изд-во литературы по строительству, 1972. 552 с.
7. *Стрелов К. К., Кащеев И. Д., Мамыкин П. С.* Технология огнеупоров. Москва : Металлургия, 1988. 528 с.
8. *Базилевич А. С.* Криптоловые печи. Москва-Ленинград : гл. ред. строительной литературы, 1935. 36 с.
9. *Степин Б. Д.* Техника лабораторного эксперимента в химии: Учеб. пособ. для вузов. М.: Химия, 1999. 600 с.
10. *Огнеупорные изделия, материалы и сырье : справочник / М. И. Гурова, Л. Д. Деревянченко, А. К. Карклит и др.* Москва : Metallurg, 1977. 216 с.
11. *Чалых Е. Ф.* Оборудование электродных заводов : учеб. пособие [для вузов]. Москва : Металлургия, 1990. 238 с.
12. *Соседов В. П., Чалых Е. Ф.* Графитация углеродистых материалов. Москва : Металлургия, 1987. 187 с.
13. *Изделия огнеупорные. Классификация. ГОСТ 1446–79.* [введ. 2013.12.01] Москва : Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации. Москва : Изд-во стандартов, 2013. 8 с.
14. *Воронов Г. В., Старцев В. А.* Огнеупорные материалы и изделия в промышленных печах и объектах вспомогательного назначения : учеб. Пособие. Екатеринбург : УГТУ-УПИ, 2006. 303 с.
15. *Красюков А. Ф.* Нефтяной кокс (Производство, свойства) : [изд. 2-е, доп. и перераб.]. Москва : Химия, 1966. 277 с.
16. *Привалов В. Е. Степаненко М. А.* Каменноугольный пек. Москва : Металлургия, 1981. 208 с.
17. *Теплообмен в многокамерных печах обжига углеграфитовых изделий : моногр. / И. В. Пулинец, Е. Н. Панов, А. Я. Карвацкий и др.* Киев : НТУУ «КПИ», 2014. 176 с.
18. *Чалых Е. Ф.* Технология и оборудование электродных и электроугольных предприятий. Москва : Металлургия, 1972. 432 с.
19. *Шулепов С. В.* Физика углеграфитовых материалов. Москва : Металлургия, 1972. 256 с.
20. *Электротермические процессы в химической технологии / Я. Б. Данцис, В. А. Ершов, Г. М. Жилов и др.* Москва : Химия, 1984. 464 с.

21. *Сюняев З. И.* Производство, облагораживание и применение нефтяного кокса. Москва : Химия, 1973. 296 с.
22. *Лутков А. И.* Тепловые и электрические свойства углеродных материалов. Москва : Metallurgy, 1990. 175 с.
23. Способ укрытия теплоизоляционной шихты печи графитации. А. с. SU1755025A2, МПК⁵ F27D 11/02 / П. П. Сапко, В. П. Овсянников (SU). заявитель – Днепропетровский электродный завод; № 4816813/05 ; заявл. 09.11.1989 ; опубл. 15.08.1992, Бюл. № 30.
24. *Угольные* и графитовые электроды для электропечей и электролизеров / (Систематическое собрание патентов, сост. М. Б. Шварцберг). Ленинград–Москва : ГОНТИ НКТП СССР, 1938.
25. *Капелянов В. Я.* Об оптимизации температуры смешивания компонентов электродных и анодных масс // Цветные металлы. 1990. №7. С. 75.
26. *Полисар Э. П., Савченко В. П., Котосорова В. Я.* Формирование упругих свойств графита в процессе прессования // Цветные металлы. 1983. № 6. С. 59–61.
27. *Карзунова Р. В.* Влияние способа прессования на свойства графита // Совершенствование технологии и улучшение качества электродной продукции : сб. научн. тр., Вып. 5. Челябинск : ГосНИИЭП, 1973. С. 71–91.
28. *Искусственный графит* / В. С. Островский, Ю. С. Виргильев, В. И. Костиков и др. Москва : Metallurgy, 1986. 272 с.
29. *Микулёнок И. О.* Классификация термопластических композиционных материалов и их наполнителей // Пластические массы, 2012. № 9. С. 29–38.
30. *Mikulenok I. O.* Determining the thermophysical properties of thermoplastic composite materials // International Polymer Science and Technology. 2013. Vol. 40, N 9. P. 23–28.
31. *Производство* электродной продукции / А. К. Санников, А. Б. Сомов, В. В. Ключников и др. Москва : Metallurgy, 1985. 129 с.
32. *Исследование* обжига заготовок в многокамерных печах / М. А. Степаненко, Е. М. Солдатенко, Н. И. Матусьяк и др. // Кокс и химия. 1958. № 2. С. 22–27.
33. *Сухоруков И. Ф.* Температурный график обжига заготовок в многокамерных печах // Цветная металлургия. 1963. № 22.
34. *Усовершенствование* технологии обжига электродных материалов / В. П. Фокин, А. А. Малахов, С. А. Малахов и др. // Цветные металлы. 2002. № 4. С. 48–51.
35. *Влияние* свойств междуэлектродной пересыпки на электрические, тепловые показатели и качество электродов / Н. Ф. Ахметшин, М. Н. Доржиев, Е. Н. Шабуров и др. // Вопросы технического прогресса в электродной промышленности : сб. научн. тр. Челябинск: ГосНИИЭП, 1971. Вып. 3. С. 205–213.
36. *Производство* электродной продукции / А. К. Санников, А. Б. Сомов, В. В. Ключников и др. Москва : Metallurgy, 1987. 187 с.

37. *Теплоэлектрическое* состояние печей графитирования Ачесона : моногр. / С. В. Лелека, Е. Н. Панов, А. Я. Карвацкий и др. Киев : НТУУ «КПИ», 2014. 238 с.

38. *Знамеровский В. Ю., Яшкина В. В.* Математическое моделирование процессов теплообмена в электрических печах сопротивления при производстве электродного графита // *Промышленная энергетика*. 1984. № 2. С. 31–33.

39. *Знамеровский В. Ю., Яшкина В. В.* Исследование режимов ввода энергии в печи графитации // *Промышленная энергетика*. 1985. № 11. С. 40–41.

40. *Знамеровский В. Ю.* Математическое моделирование процесса графитации. Москва : *Металлургия*, 1994. 64 с.

41. *Моделювання графітування нафтового коксу в шахтній електропечі неперервної дії* / Є. М. Панов, А. Я. Карвацький, С. В. Кутузов та ін. // *Вісник НТУУ «КПІ»*. Сер. «Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження». 2011. №1(7). С. 48–52.

42. *Расчетное* обоснование внедрения технологического процесса прямоточной графитации на ОАО «Укрграфит» / А. Я. Карвацкий, И. Л. Шилович, С. В. Кутузов и др. // *Вісник НТУУ «КПІ»*. Сер. «Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження». 2008. № 1(1). С. 42–46.

43. *Применение* численного моделирования для совершенствования процесса графитации электродной продукции в печах Ачесона / Е. Н. Панов, С. В. Кутузов, О. Ю. Уразлина и др. // *Алюминий Сибири – 2006 : XII Междунар. конф. выст., (Красноярск, 5–7 сент. 2006 г.) : сб. докл. Красноярск : «Vona Company», 2006. С. 373–380.*

44. *Панов Е. Н., Коржик М. В., Карвацкий А. Я.* Интенсификация процесса графитации электродных изделий в печах Ачесона постоянного тока // *Алюминий Сибири – 2007 : XIII Междунар. конф., (Красноярск, 11–13 сент. 2007 г.) : сб. докл. Красноярск : «Vona Company», 2007. С. 331–337.*

45. *Physical processes modern investigation methods in power-intensive industrial equipments* / E. N. Panov, A. Ya. Karvatsky, I. L. Shilovich et al. // *Aluminium of Siberia – 2008 : XIV Intern. conf. exhib., (Krasnoyarsk, Sept. 10–12, 2008) : proceedings of the conference. Krasnoyarsk : «Verso», 2008. P. 124–132.*

46. *Повышение* энергетической эффективности тепловых агрегатов алюминиевой и электродной промышленности / А. Я. Карвацкий, С. В. Кутузов, С. В. Лелека и др. // *UKR-POWER 2007. Комплексное решение задач энергосбережения в промышленной и коммунальной энергетике на территории СНГ : XXII междунар. конф., (Ялта, 11–15 сент. 2007 г.) : труды конф. К., 2007. С. 19–21.*

47. *Розробка* програмного забезпечення для розв'язку тривимірних задач фізичних полів в апаратах кольорової металургії та дослідження процесів графітації та коксування електродних матеріалів : звіт про НДР (заключ.) / Нац. техніч. ун-т України «Київ. політехн. ін-т» ; кер. Є. М. Панов ; викон. С. В. Лелека та ін. Київ, 2001. 78 с. № ДР 0100U000434.

48. *Розробка* методики та програмного забезпечення для розрахунків тривимірних нестационарних температурних полів в печах графітації і

алюмінієвих електролізерах : звіт про НДР (заключ.) / Нац. техніч. ун-т України «Київ. політехн. ін-т» ; кер. Є. М. Панов ; викон. С. В. Лелека та ін. Київ, 2005. 68 с. № ДР 0104U000858.

49. *Оценка энергетической эффективности печей графитации постоянного тока* / Е. Н. Панов, С. В. Кутузов, И. Л. Шилович и др. // Энергетика: економіка, технології, екологія. 2006. № 2. С. 60–65.

50. *Расчетно-экспериментальное определение температурных полей керна в П-образных печах графитации постоянного тока* / Е. Н. Панов, С. В. Кутузов, С. В. Лелека и др. // Промышленная теплотехника. 2007. № 2. С. 22–28.

51. *Григорьев В. А., Зорин В. М.* Тепло- и массообмен. Теплотехнический эксперимент : справочник. Москва : Энергоиздат, 1982. 512 с.

52. *Петухов Б. С.* Опытное изучение процессов теплопередачи. Москва : Госэнергоиздат, 1952. 349 с.

53. *Власов В. В., Шаталов Ю. С., Зотов Е. Н.* Теплофизические измерения. Тамбов: ВНИИРТМ, 1975. 254 с.

54. *Осипова В. А.* Экспериментальное исследование процессов теплообмена / В. А. Осипова. М. : Энергия, 1979. 320 с.

55. *ASTM STP 922. Thermal Insulation: Materials and Systems* / R. P. Tye, K. G. Coumou, A. O. Desjarlais, D. M. Haines. ASTM Philadelphia, 1987. P. 651–664.

56. *Исаев К. Б.* Теплофизические характеристики материалов в широких диапазонах температур и скоростей нагрева. Киев : Куприянова, 2008. 240 с.

57. *Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods. Vol.1. Survey of Measurement Techniques* / edit. K. D. Maglič, A. Cezairliyan, V. E. Petersky. New York, London : Plenum Press, 1984. 789 p.

58. *Филиппов Л. П.* Измерение тепловых свойств твердых и жидких металлов при высоких температурах. Москва : МГУ, 1967. 326 с.

59. *Czichos H.* Springer Handbook of Materials Measurement Methods / H. Czichos, T. Saito, L. Smith (Eds.). Berlin : Springer Science, Business Media, Inc., 2006. 1209 p.

60. *Новиков И. И., Воскресенский К. Д.* Прикладная термодинамика и теплопередача. Москва : Госатомиздат, 1961. 548 с.

61. *Кондратьев Г. М.* Тепловые измерения. Москва : Машгиз, 1957. 244 с.

62. *Фокин В. М., Ковылин А. В., Чернышов В. Н.* Энергоэффективные методы определения теплофизических свойств строительных материалов и изделий. Москва : Изд. дом «Спектр», 2011. 156 с.

63. *Баталов В. С.* Одновременное определение теплофизических параметров твердофазовых веществ // ИФЖ. 1982. Т. 42, № 6. С. 1026–1027.

64. *Гаврилов Р. Н., Никифоров Н. Д.* Метод определения теплофизических свойств горного массива без нарушения естественной структуры // ИФЖ. 1983. № 6. С. 1023–1024.

65. *Гусева Л. И.* Комплексные исследования теплофизических характеристик теплоизоляционно-теплозащитных материалов длительного и многократного применения: авторефер. дис... канд. техн. наук. : 05.14.05 /

Ленинград. орд. Трудового Красного Знамени технол. ин-т холод. пром. Москва, 1981. 20 с.

66. *Кутателадзе С. С.* Основы теории теплообмена. Новоросийск : Наука, 1970. 659 с.

67. *СНиП 23–02–2003* Тепловая защита зданий. Москва : ФГУП ЦПП, 2004. 76 с.

68. *Теплопроводность* твердых тел. : справочник / А. С. Охотин, Р. П. Боровикова, Т. В. Нечаева и др. Москва : Энергоатомиздат, 1984. 320 с.

69. *Димніч А. Х., Троянський О. А.* Теплопровідність : навч. посіб. Донецьк : Норд–Прес, 2004. 370 с.

70. *Платунов Е. С.* Теплофизические измерения в монотонном режиме. Ленинград : Энергия, 1983. 143 с.

71. *Литовский Е. Я., Пучкевич Н. А.* Теплофизические свойства огнеупоров : справочник. Москва : Металлургия, 1982. 152 с.

72. *Пономарев С. В., Мищенко С. В., Дивин А. Г.* Теоретические и практические аспекты теплофизических измерений: в 2 т. Т. 1. Тамбов: Изд-во Тамбов. гос. техн. ун-та, 2006. 204 с.

73. *Годовский Ю. К.* Теплофизические методы исследования полимеров. Москва : Химия, 1976. 216 с.

74. *Зиновьев В. Е.* Теплофизические свойства металлов при высоких температурах. Москва : Металлургия, 1989. 400 с.

75. *Матеріали* вогнетривкі. Визначення теплопровідності. Частина 1. Метод гарячого дроту (хрестоподібного). ДСТУ ISO 8894-1:2007. [Чинний від 2010-01-01]. Київ : Держстандарт України, 2010. 12 с.

76. *Матеріали* вогнетривкі. Визначення теплопровідності. Частина 2. Метод гарячого дроту (паралельного). ДСТУ ISO 8894-2:2007. [Чинний від 2011-01-01]. Київ : Держстандарт України, 2011. 18 с.

77. *Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods* / K. D. Maglic, R. E. Taylor, K. D. Maglic et al. (Eds.) // Recommended Measurement Techniques and Practices. New York: Plenum Press, 1992. Vol. 2. P. 281–314.

78. *Cezairliyan A., Baba T., Taylor R.* A high-temperature laser-pulse thermal diffusivity apparatus // Int. J. Thermophys. 1994. Vol. 15, № 2. P. 317–341.

79. *Flash method of determining thermal diffusivity, heat capacity, and thermal conductivity* / W. J. Parker, R. J. Jenkins, C. P. Butler, G. L. Abbott // J. Appl. Phys. 1961. Vol. 32, №9. P. 1679–1684.

80. *Основы* идентификации и проектирования тепловых процессов и систем / О. М. Алифанов, П. Н. Вабищевич, В. В. Михайлов и др. Москва : Логос, 2001. 400 с.

81. *Тихонов А. Н., Арсений В. Я.* Методы решения некорректных задач. Москва : Наука, 1979. 284 с.

82. *Огнеупоры.* Стационарный метод измерения теплопроводности. ГОСТ 12170–85 [введ. 1985–04–22]. Москва : Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации. Москва : Изд-во стандартов, 2003. 6 с.

83. *Suvorov S. A., Kolesnikov G. N.* Calorimetric thermal conductivity measurement for high-temperature materials // *Refractories and Industrial Ceramics*. 2009. Vol. 50, № 1. P. 62–63.

84. *Агроскин А. А., Глейбман В. Б.* Теплофизика твердого топлива. Москва : Недра, 1980. 256 с.

85. *Теплоізоляція.* Визначення теплового опору та пов'язаних з ним характеристик в усталеному режимі приладом із захищеною гарячою пластиною. ДСТУ ISO 8302:1991. [Чинний від 2010-01-01]. Київ : Держстандарт України, 2010. 56 с.

86. *Цедерберг Н. В.* Теплопроводность газов и жидкостей. Москва : Энергоиздат, 1963. 410 с.

87. *Фёдоров В. И., Мачуев В. И.* Теплопроводность жидких солей // *Теплофизика высоких температур*. 1970. Т. 8, № 4. С. 912–914.

88. *Thermophysical and optical properties of fluoride crystals and melts / G. V. Varlamov, G. N. Vasil'chenko, V. I. Deshko et al.* // *High Temperatures – High Pressures*. 1989. Vol. 21. P. 647–656.

89. *Гальперин Б. С.* Непроволочные резисторы. Ленинград : Энергия, 1968. 284 с.

90. *Изделия углеродные.* Методы измерения удельного электрического сопротивления. ГОСТ 23776–79 [введ. 1982–01–01]. Москва : Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации. Москва : Изд-во стандартов. 2011. 12 с.

91. *Исследование* теплопроводности и электропроводности силицированных графитов / А. И. Лутков, В. И. Волга, Б. К. Дымов и др. // *ТВТ*. 1972. Т. 10, № 5. С. 1002–1006.

92. *Фізичні властивості вуглецевих сипучих матеріалів : моногр.* / Т. В. Чирка, Г. М. Васильченко, Е. Н. Панов та ін. Київ : НТУУ «КПІ», 2016. 152 с.

93. *Thermoelectric Properties of Granular Carbon Materials / A. Ya. Karvatskii, G. M. Vasilchenko, E. M. Panov et al.* // *Advanced Thermoelectric Materials / Chong Rae Park (ed.)*. Hoboken: John Wiley & Sons, Inc., Beverly : Scrivener Publishing LLC, 2019. P. 437–468.

94. *Спосіб* вимірювання теплопровідності матеріалу. Пат. UA75170U, МПК(2006.01) G01N 25/18 / Т. В. Чирка, Г. М. Васильченко; заявник і патентовласник НТУУ «КПІ». № u201205098 ; заявл. 24.04.2012 ; опубл. 26.11.2012, Бюл. № 22.

95. *Бордовский Г. А., Кондратьев А. С., Чоудери Д. Р.* Физические основы математического моделирования. Москва : Изд. центр Академия, 2005. 320 с.

96. *Карвацкий А. Я., Васильченко Г. Н., Билько В. В.* Применение численного моделирования для расчета энергобаланса алюминиевого электролизера // *Промышленная теплотехника*. 2008. Т. 30, № 2. С. 33–40.

97. *Числове* моделювання теплоелектричного стану алюмінієвих електролізерів / Є. М. Панов, А. Я. Карвацький, С. В. Лелека, І. В. Пулінець // *Вісник НТУУ «КПІ». Сер. «Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження»*. 2009. № 2(4). С. 59–65.

98. Чирка Т. В., Васильченко Г. М., Дудник Ю. В. Математичне моделювання температурних полів в експериментальній установці для визначення теплопровідності сипких матеріалів // Наук.-практ. конф. студ., асп. та наук. каф. ХПСМ НТУУ «КПІ» : Ресурсоенергозберігаючі технології і обладнання хімічних виробництв та підприємств будівельних матеріалів, 18–20 квітня 2012 р.,: зб. доп. Київ : Січка, 2012. С. 47–48.
99. Ландау Л. Д., Лифшиц Е. М. Электродинамика сплошных сред : изд. 4-е, стереотип. Москва : Физматлит, 2003. 656 с.
100. Зенкевич О. Метод конечных элементов в технике; пер. с англ. под ред. Б. Е. Победри. Москва : Мир, 1975. 541 с.
101. Сегерлинд Л. Применение метода конечных элементов; пер. с англ. А. А. Шестакова ; под ред. Б. Е. Победри. Москва : Мир, 1979. 392 с.
102. Поршнев С. В. Компьютерное моделирование физических процессов с использованием пакета MathCAD. Москва : Горячая линия – Телеком, 2002. 252 с.
103. Абомелик Т. П. Метрология планирования эксперимента. Сборник лабораторных работ. Ульяновск : УлГТУ, 2006. 36 с.
104. Установка для измерения теплопроводности углеродных зернистых и порошковых материалов / Е. Н. Панов, Г. Н. Васильченко, В. М. Голчанская, Т. В. Чирка // Вісник НТУУ «КПІ». Сер. «Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження». 2011. № 1(додаток). С. 58–63.
105. Установка для исследования теплопроводности сыпучих материалов до 1000 °С / В. О. Зубченко, Ю. В. Дудник, Т. В. Чирка, Г. Н. Васильченко // Наук.-практ. конф. студ., асп. та наук. каф. ХПСМ НТУУ «КПІ» : Ресурсоенергозберігаючі технології і обладнання хімічних виробництв та підприємств будівельних матеріалів, 27–29 квітня 2011 р., : зб. доп. Київ : Січка, 2011. С. 81–82.
106. Автоматизация установки для исследования теплопроводности сыпучих материалов / Ю. В. Дудник, Т. В. Чирка, Г. Н. Васильченко и др. // Наук.-практ. конф. студ., асп. та наук. каф. ХПСМ НТУУ «КПІ» : Ресурсоенергозберігаючі технології і обладнання хімічних виробництв та підприємств будівельних матеріалів, 27–29 квітня 2011 р., : зб. доп. Київ : Січка, 2011. С. 83–84.
107. Стекло кварцевое оптическое. Общие технические условия. ГОСТ 15130–86 [введ. 1988-01-01]. Москва : Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации ; М. : Изд-во стандартов. 1999. 31 с.
108. Спосіб вимірювання питомого електричного опору вуглецевих матеріалів при високих температурах. Пат. UA73402U, МПК(2006.01) G01R 27/02 / Т. В. Чирка, Г. М. Васильченко, Ю. В. Дудник ; заявник і патентовласник НТУУ «КПІ». № u201202097 ; заявл. 23.02.2012 ; опубл. 25.09.2012, Бюл. № 18.
109. Установка для вимірювання питомого електричного опору вуглецевих матеріалів при високих температурах. Пат. UA73401U, МПК(2006.01) G01R 27/02 / Т. В. Чирка, Г. М. Васильченко, Ю. В. Дудник ;

заявник і патентовласник НТУУ «КПІ». № и 2012 02096; заявл. 23.02.2012 ; опубл. 25.09.2012, Бюл. № 18.

110. *Панов Є. М., Чирка Т. В., Васильченко Г. М.* Установа для дослідження питомого електричного опору вуглецевих матеріалів // Вісник НТУУ «КПІ». Сер. «Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження». 2011. № 1. С. 18–20.

111. *Чирка Т. В., Васильченко Г. М., Дудник Ю. В.* Установа для визначення питомого електричного опору вуглецевих матеріалів // XIV Міжнар. наук.-практ. конф. студентів, аспірантів та молодих вчених «Екологія. Людина. Суспільство», 18–22 травня 2011 р. : зб. доп. Київ : НТУУ «КПІ», 2011. С. 212–213.

112. *Разработка* математической модели промышленного процесса графитации с целью его оптимизации и усовершенствования: отчет о НИР ГосНИИЭП, Инв. № 02850062203 / Сб.реф. НИР и ОКР, ВНИЦентр. Сер. 17. 1986. № 15. Реф. 61.86.165.

113. *Чарыкова Л. Н., Чичулин Н. И., Евсеев Е. И.* Зависимость теплопроводности сыпучих углеродистых материалов различного грансостава от температуры и давления // Техника и технология графитированных электродов : сб. научн. тр., Вып. 4. Челябинск : ГосНИИЭП, 1972. С. 47–53.

114. *Теплоизолирующие* материалы графитировочных печей / Н. И. Чичулин, М. Ф. Огнева, О. В. Мокрушина и др. // Совершенствование технологии и улучшение качества электродной продукции : сб. научн. тр., Вып. 7. Челябинск : ГосНИИЭП, 1975. С. 176–182

115. *Чалых Е. Ф.* Технология углеграфитовых материалов. Москва : Metallurgizdat, 1963. 304 с.

116. *Чалых Е. Ф.* Обжиг электродов. Москва : Metallurgiya, 1981. 116 с.

117. *Результаты* исследования теплопроводности дисперсных углеродных материалов / Е. Н. Панов, В. В. Буряк, В. М. Голчанская, Т. В. Чирка // Вісник НТУУ «КПІ». Сер. «Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження». 2011. № 1(додаток). С. 63–67.

118. *Влияние* свойств сыпучих материалов на энергоемкость получения электродной продукции / С. В. Кутузов, В. В. Буряк, В. В. Деркач и др. // IV Междунар. конгр. «Цветные металлы» (5–7 сент. 2012 г.) : сб. докл. Красноярск : «Версо», 2012. С. 921–928.

119. *Экспериментальное* определение теплопроводности однокомпонентной шихты угольных материалов в диапазоне температур от комнатных до 1000 °С / С. В. Кутузов, Т. В. Чирка, В. В. Деркач и др. // Вісник НТУУ «КПІ». Сер. «Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження». 2011. № 1(додаток). С. 67–70.

120. *Теплоізоляційні* матеріали / А. О. Миловацький, Ю. В. Дудник, Т. В. Чирка, Г. М. Васильченко // XV Міжнар. наук.-практ. конф. студентів, аспірантів та молодих вчених «Екологія. Людина. Суспільство», 28–30 вересня 2012 р. : зб. доп. Київ : НТУУ «КПІ», 2012. С. 131–132.

121. *Чирка Т. В.* Дослідження теплопровідності вуглецевих матеріалів // Восточно-Европейский журнал передвых технологий. 2012. № 4. С. 9–14.

122. *Теплопроводность* углеродных материалов / Е. Н. Панов, С. В. Кутузов, Г. Н. Васильченко, Т. В. Чирка // Новые огнеупоры. 2013. № 1. С. 43–48.
123. *Теплопроводность* сырого и графитированного кокса / С. В. Кутузов, Е. Н. Панов, Г. Н. Васильченко и др. // Огнеупоры и техническая керамика. 2013. № 3. С. 29–33.
124. *Экспериментальное* определение удельного электросопротивления однокомпонентной шихты угольных материалов в диапазоне температур от комнатных до 1000 °С / Е. Н. Панов, В. В. Деркач, Т. В. Чирка и др. // Вісник НТУУ «КПІ». Сер. «Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження». 2011. № 1(додаток). С. 71–76.
125. *Влияние* свойств междуэлектродной пересыпки на электрические, тепловые показатели и качество электродов / Н. Ф. Ахметшин, М. Н. Доржиев, Е. Н. Шабуров и др. // Вопросы технического прогресса в электродной промышленности : сб. научн. тр., Вып. 3. Челябинск : ГосНИИЭП, 1971. С. 205–213.
126. Знамеровский В. Ю., Яшкина В. В. Влияние удельного электросопротивления пересыпки на температурный режим печи графитации // Цветные металлы. 1985. № 2. С. 39–41.
127. *Результаты* исследования электросопротивления дисперсных углеродных материалов / С. В. Кутузов, Г. Н. Васильченко, Т. В. Чирка, Т. А. Дыбка // Вісник НТУУ «КПІ»: Сер. «Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження». 2011. № 1 (додаток). С. 76–82.
128. Чирка Т. В. Електричні властивості вуглецевих матеріалів // Восточно-Европейский журнал передвых технологий. 2012. № 5. С. 37–41.
129. *Удельное* электрическое сопротивление углеродных материалов / В. В. Буряк, Г. Н. Васильченко, Т. В. Чирка, С. М. Константинов // Новые огнеупоры. 2013. № 5. С. 48–52.
130. Калашиников С. Г. Электричество. Москва : Физматлит, 2004. 624 с.
131. Сивухин Д. В. Общий курс физики: В 5 т. Т III. Электричество. Москва : Физматлит; Изд-во МФТИ, 2004. 654 с.
132. Powell R. W. Industrial Carbon and Graphite. London : Society of Chemical Industry, 1958. P. 46.
133. *Соотношение* между электросопротивлением и теплопроводностью углеродных материалов / Ю. С. Виргильев, А. Н. Деев, Н. И. Козлов и др. // Конструкционные материалы на основе графита : сб. научн. тр., Вып. 5. Москва : Металлургия, 1970. С. 94–98.
134. Чудновский А. Ф. Теплофизические характеристики дисперсных материалов. Москва : Физматгиз, 1962. 456 с.
135. Фиалков А. С. Углеграфитовые материалы. Москва : Энергия, 1979. 320 с.
136. Кузин Б. М., Белоусова В. М., Булатова Г. Ф. Результаты испытания новых схем загрузки электродов и применение унифицированной теплоизоляционной шихты в графитировочных печах // Вопросы графитации

углеродистых материалов : сб. научн. тр., Ч. 1. Москва : Цветметинформация, 1968. С. 57–69.

137. Чичулин Н. И. Мокрушина О. В., Сахнов О. М. Применение безпесочной теплоизоляционной шихты в печах графитации // Совершенствование технологии и улучшение качества электродной продукции : сб. научн. тр., Вып. 8. Челябинск : ГосНИИЭП, 1976. С. 69–73.

138. *Камята* Тацуми. Снижение энергоемкости процесса графитации / Камята Тацуми // СЕ энеджерджи. V.32. №2. Р. 57 (Яп.).

139. *Соседов В. П., Матющенко Г. Н., Авдеенко М. А.* Экспериментальное определение температурных полей керна печи графитации углеродных материалов // Конструкционные материалы на основе графита : сб. научн. тр., Вып. 10. Москва : Metallurgy, 1975. С. 42–47.

140. *Power saving at production of electrode products / Ye. N. Panov, S. V. Kutuzov, A. Ya. Karvatsky et al.* // XVII Intern. Conf. «Aluminium of Siberia», V Conference «Metallurgy of Non-Ferrous and Rare Metals», VII Symposium «Gold of Siberia» (7–9 Sept., 2011) : Proceedings of the Intern. Congress. Krasnoyarsk : «Verso», 2011. Р. 412–423.

141. *Теоретические и экспериментальные исследования теплоэнергетического и механического состояния высокотемпературных агрегатов : моногр. / А. Я. Карвацкий, Е. Н. Панов, С. В. Кутузов и др.* Киев : НТУУ «КПИ», 2012. 356 с.

142. *Повышение эффективности теплоизоляционной шихты печей графитации Ачесона / С. В. Кутузов, В. В. Буряк, В. В. Деркач и др.* // Новые огнеупоры. Междунар. конф. огнеупорщиков и металлургов (Москва, Россия, 14–15 марта, 2013). 2013. № 3. С. 76–79.

143. *Знамеровский В. Ю., Коцюр В. А. Сандер Г. В.* Исследование газовой выделений из печей графитации / В. Ю. Знамеровский, // Совершенствование технологии электродного производства : сб. научн. тр. Москва : НИИГрафит, ГосНИИЭП, 1988. С. 78–82.

ЗМІСТ

| | |
|--|----|
| Вступ..... | 3 |
| Перелік умовних позначень, символів і скорочень | 5 |
| 1. Сучасний стан та тенденції розвитку виробництва вогнетривкої футерівки, пересипкових матеріалів та теплоізоляції в електродному виробництв..... | 8 |
| 1.1. Вогнетривкі матеріали електродного виробництва та основні вимоги до їх фізичних властивостей..... | 8 |
| 1.2. Застосування числового моделювання фізичних полів печей електродного виробництва для визначення експлуатаційної придатності нових видів вогнетривкої футерівки, пересипки і теплової ізоляції | 15 |
| 1.3. Методи та установки для дослідження фізичних властивостей вогнетривких матеріалів..... | 19 |
| 1.4. Висновки до розділу 1 | 31 |
| 2. Методики та установки для дослідження теплопровідності та питомого електричного опору вогнетривких і теплоізоляційних матеріалів | 33 |
| 2.1. Методика вимірювання коефіцієнта теплопровідності | 33 |
| 2.2. Фізична і математична модель та числовий аналіз температурних полів розроблюваної установки | 35 |
| 2.3. Конструкція установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності | 42 |
| 2.4. Методика проведення експерименту та обробки експериментальних даних..... | 46 |
| 2.5. Автоматизація експериментальних досліджень | 48 |
| 2.6. Налагоджувальні дослідження установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності | 52 |
| 2.7. Методика вимірювання та конструкція установки для вимірювання питомого електричного опору | 57 |
| 2.8. Висновки до розділу 2 | 60 |
| 3. Експериментальні дослідження теплопровідності та питомого електричного опору сипких вуглецевих футерувальних і теплоізоляційних матеріалів | 62 |
| 3.1. Підбір гранулометричного і матеріального складу матеріалів, що відповідає вимогам електродного виробництва | 62 |
| 3.2. Результати дослідження теплопровідності вуглецевих матеріалів | 63 |
| 3.3. Результати дослідження питомого електричного опору вуглецевих матеріалів | 77 |
| 3.4. Кореляційний зв'язок між коефіцієнтом теплопровідності та питомим електричним опором..... | 84 |
| 3.5. Застосування методу дискретного елемента для числового аналізу фізичних властивостей сипких матеріалів, зокрема ефективного значення теплопровідності та розроблення рекомендацій з їх застосування | 91 |

| | |
|---|-----|
| 3.6. Висновки до розділу 3 | 99 |
| 4. Розробка технічних рішень з використанням нової рецептури футерівок і теплоізоляції | 100 |
| 4.1. Числова модель теплоелектричних полів печі графітування | 100 |
| 4.2. Розробка рецептури та методики застосування матеріалів для футерівки і теплоізоляції печей електродного виробництва..... | 104 |
| 4.3. Експериментальна перевірка нових науково-технічних розробок з футерувальних та теплоізоляційних сипких матеріалів в умовах промислового виробництва..... | 122 |
| 4.4. Висновки до розділу 4 | 130 |
| Висновки і рекомендації..... | 132 |
| Перелік посилань..... | 135 |

Наукове видання

Панов Євген Миколайович
Васильченко Геннадій Миколайович
Лелека Сергій Володимирович
Карвацький Антон Янович
Мікульонок Ігор Олегович

ВОГНЕТРИВКІ ФУТЕРІВКИ І ТЕПЛОІЗОЛЯЦІЯ ПЕЧЕЙ ЕЛЕКТРОДНОГО ВИРОБНИЦТВА

Монографія

В авторській редакції

Підписано до друку 12.10.2020 р. Формат 60x84 1/16
Папір офс. 80 г/м². Друк цифровий. Умов. друк. арк. 8,60
Наклад 300 прим. Зам. № 0810

Видавництво: Інститут обдарованої дитини НАПН України
04053, вул. Січових Стрільців, 52-Д, м. Київ, Україна
тел./факс: (044) 481-27-16

Свідоцтво про внесення до Державного реєстру
суб'єкта видавничої справи
серія ДК No 6081 від 14.03.2018 р.