

*Т.В. Чирка, Г. М. Васильченко, Е. М. Панов,
С. В. Лелека, А. Я. Карвацький*

ФІЗИЧНІ ВЛАСТИВОСТІ ВУГЛЕЦЕВИХ СИПУЧИХ МАТЕРІАЛІВ

Київ
НТУУ «КПІ»
2016

УДК 536.2.081.7:537.311.32
ББК 22.36
Ф50

*Гриф надано Вченою радою НТУУ «КПІ»
(протокол № 5 від 11.04.2016 р.)*

Рецензенти: *В. П. Желєзний*, д-р техн. наук, проф.,
Одеська національна академія харчових технологій

Г. О. Фролов, д-р техн. наук, ст. наук. співр.,
Інститут проблем матеріалознавства
ім. І.М. Францевича НАН України

Відповідальний редактор *І. О. Мікульонок*, д-р техн. наук, проф.,
Національний технічний університет України
«Київський політехнічний інститут»

Ф50 Фізичні властивості вуглецевих сипучих матеріалів [Електронний ресурс] : моногр. / Т. В. Чирка, Г. М. Васильченко, Е. Н. Панов та ін. – К.: НТУУ «КПІ», 2016. – 152 с.: іл. – Бібліогр.: с. 141–149.

У монографії представлено оригінальні експериментальні установки для дослідження коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору (ПЕО) сипучих вуглецевих матеріалів гранулометричним складом до 15 мм у температурному діапазоні до 1300 К, які базуються на стаціонарному методі коаксіальних циліндрів з використанням принципу суперпозиції температурних полів і чотирьохзондовому потенціометричному методі, відповідно. Розроблено методики вимірювання зазначених фізичних величин та виконано оцінку похибки їх дослідження. Наведено експериментальні дані температурних залежностей коефіцієнта теплопровідності і ПЕО сипучих вуглецевих матеріалів різного фракційного та структурного складу, що відповідають технологічним умовам виробництва вуглеграфітових виробів. На підставі рототабельного центрального композиційного планування експерименту отримано регресійні рівняння залежності коефіцієнта ефективної теплопровідності від температури, розміру гранул і прикладеного тиску для різного структурного складу вуглецевих матеріалів. Одержано кореляційні залежності між ПЕО і коефіцієнтом теплопровідності. Наведено приклад застосування результатів вимірювань властивостей фізичних величин для числового аналізу теплоелектричного стану печей графітування з метою підвищення їх енергоефективності та ресурсозбереження.

Для фахівців електродного виробництва, кольорової й чорної металургії, а також викладачів, аспірантів і студентів інженерно-хімічних та енергетичних спеціальностей вищих навчальних закладів.

УДК 536.2.081.7:537.311.32
ББК 22.36

© Т. В. Чирка, Г. М. Васильченко,
Е. М. Панов, С. В. Лелека,
А. Я. Карвацкий, 2016
© НТУУ «КПІ» (ІХФ), 2016

ВСТУП

У сучасному промисловому виробництві широко використовують сипучі матеріали. Нехтування або неврахування властивостей сипучих матеріалів призводить 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 і фізичні властивості використовуваних і виготовлюваних сипучих матеріалів.

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

Виробництво електродної продукції характеризується значною енергоємністю та вимагає 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. Теплофізичні властивості та гранулометричний склад теплоізоляційних і пересипочних матеріалів печей графітування впливають на температурний режим графітування заготовок та рівномірність розподілу температури в об'ємі печі. Ці технологічні показники визначають однорідність властивостей і структуру виготовлюваної продукції. Теплоізоляційна шихта становить більше 60 % об'єму завантаження печі графітування, тому, безумовно, має визначальний вплив на ефективність її роботи. Розрахунки теплових та електричних полів у печах графітування із внесеними конструкційними змінами з застосуванням відповідних математичних моделей дає можливість заощадити кошти та час. Вдосконалення теплоізоляції у такому випадку вимагає відомих значень її коефіцієнта теплопровідності та електропровідності (питомого електричного опору (ПЕО) як обернено пропорційної величини) за конкретних технологічних умов. Відсутність або нестача даних з коефіцієнта теплопровідності і ПЕО сипучих вуглецевих матеріалів вимагає розроблення, створення установок для їх дослідження в широкому температурному діапазоні.

Метою роботи є експериментально-теоретичні дослідження коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору сипучих вуглецевих

матеріалів, встановлення кореляційної залежності між питомим електричним опором та коефіцієнтом теплопровідності для сипучих вуглецевих матеріалів, визначення впливу властивостей сипучих вуглецевих матеріалів на температурні поля у високотемпературному агрегаті.

У першому розділі монографії на основі літературного огляду проведено аналіз сучасного стану і напрямків експериментально-теоретичних досліджень коефіцієнта теплопровідності та ПЕО сипучих вуглецевих матеріалів. Зокрема, розглянуто стаціонарні та нестаціонарні методи вимірювань, установки для визначення коефіцієнта теплопровідності та сформульовані висновки та завдання досліджень.

Другий розділ присвячено розробленню методики та установки для визначення коефіцієнта теплопровідності сипучих вуглецевих матеріалів. Розглянуто питання побудови фізичної і математичної моделей теплового стану розроблюваної установки, розробки конструкції експериментальної установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності, методики проведення експериментів та обробки їх результатів, автоматизації експериментальних досліджень, оцінки систематичної похибки визначення коефіцієнта теплопровідності, проведення налагоджувальних дослідів на установці, планування експериментів тощо.

Третій розділ присвячено розробленню методики та установки для визначення питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів. Приділено увагу вирішенню таких задач як методика вимірювання і конструкція експериментальної установки для визначення ПЕО, оцінка похибки вимірювання та налагоджувальні дослідів.

У четвертому розділі представлено результати експериментальних досліджень температурної залежності фізичних властивостей вуглецевих сипучих матеріалів, встановлено кореляційний зв'язок між коефіцієнтом теплопровідності та ПЕО, наведено приклад використання отриманих даних на базі числового аналізу теплового стану печі графітування Ачесона.

У висновках наведено головні результати проведених досліджень.

У додатках наведено табличні дані фізичних властивостей матеріалів, що використано в розроблених експериментальних установках, стандартних зразків та досліджуваних вуглецевих сипучих матеріалів, результати рототабельного центрального композиційного планування експерименту, дані кореляційної залежності добутку коефіцієнта теплопровідності та ПЕО для коксу, результати числового моделювання температурних полів у печі графітування.

ПЕРЕЛІК УМОВНИХ ПОЗНАЧЕНЬ СИМВОЛІВ, ОДИНИЦЬ, СКОРОЧЕНЬ І ТЕРМІНІВ

a –	коефіцієнт температуропровідності, $\text{м}^2/\text{с}$;
A –	амплітуда гармонійних коливань, $^\circ\text{C}$; коефіцієнт, що залежить від форми тіла і початкового розподілу температури в (1.16);
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 та зовнішній діаметри циліндричного та сферичного шару, м ;
f –	частота коливань температури, $1/\text{с}$;
g –	прискорення вільного падіння, $\text{м}/\text{с}^2$; масова частка фракції у суміші;
H –	об'ємна ентальпія, $\text{Дж}/\text{м}^3$;
i –	індекс;
I –	електричний струм, А ;
j_n –	нормальна густина струму, $\text{А}/\text{м}^2$;
k_l –	коефіцієнт форми, що враховує неодномірність теплового потоку;
K –	коефіцієнт форми для пластини, циліндра і кулі відповідно $K=1, 2, 3$;
l –	середня довжина вільного пробігу фонона (1.1), м ; довжина циліндричного шару (1.12), м ; відстань між потенційними проводами (1.22), (1.23), 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_l –	лінійна густина теплового потоку, $\text{Вт}/\text{м}$;
q_v –	густина внутрішнього джерела теплоти, $\text{Вт}/\text{м}^3$;
Q –	тепловий потік, Вт ; енергія, поглинена зразком (1.25), Дж ;

r –	радіальна відстань (1.21), м; відстань між дротами (1.23), м;
r_e –	контактний електричний опір, Ом·м ² ;
r_λ –	контактний термічний опір, (м ² ·К)/Вт;
r_1, r_2 –	радіус кола, по якому розміщують внутрішню та зовнішню термопари в дослідній установці, мм;
R –	радіус циліндра або кулі (1.19), м;
R^2 –	коефіцієнт детермінації;
S –	площа поперечного перерізу, м ² ;
t –	температура, °С;
T –	термодинамічна температура, К;
U –	електричний потенціал, В;
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 –	стала 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 –	відноситься до початкового значення;
$\wedge$ –	відноситься до верхнього часового рівня;
d –	відноситься до довкілля;
eff –	відноситься до ефективного значення;
max –	відноситься до максимального значення;
min –	відноситься до мінімального значення;
$відн$ –	відноситься до похибки віднесення;
$мет$ –	відноситься до методичної похибки;

пр – відноситься до приладової похибки;
 сист – відноситься до систематичної похибки;
 ст – відноситься до стандартного зразка.

Інші символи:

«+», «-» – означає праворуч і ліворуч від границі Г, відповідно;
 Eu – число Ейлера;
 Pd – критерій, що залежить від співвідношення A_r/A_0 ;
 ∇ – оператор Гамільтона («набла»);
 $\emptyset$ – означає діаметр.

Основні скорочення:

ГУ – граничні умови;
 ЗЗТ – зворотна задача теплопровідності;
 ІХФ – інженерно-хімічний факультет;
 кафедра
 ХПСМ – кафедра хімічного, полімерного та силікатного машинобудування
 НТУУ «КПІ»;
 ККД – коефіцієнт корисної дії;
 МКР – мулітокремнеземистий;
 МСЕ – метод скінченних елементів;
 НДЦ
 «РТ» – науково-дослідний центр «Ресурсозберігаючі технології»;
 НТУУ
 «КПІ» – Національний технічний університет України «Київський
 політехнічний інститут»;
 ПАТ – публічне акціонерне товариство;
 ПЕО – питомий електричний опір;
 ПК – програмний комплекс;
 ПФЕ – повний факторний експеримент;
 РЦКП – рототабельне центральне композиційне планування;
 ТХА – термopара хромель-алюмелева;
 ТФХ – теплофізичні характеристики.

1. СУЧАСНИЙ СТАН ПРОБЛЕМИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ ТА ЕЛЕКТРОПРОВІДНОСТІ СИПУЧИХ ВУГЛЕЦЕВИХ МАТЕРІАЛІВ

1.1. Характеристика сипучого вуглецевого матеріалу

Важливим сипучим вуглецевим матеріалом кольорової та чорної металургії є кам'яновугільний кокс.

Кам'яновугільний кокс – це нелетучий вуглецевий залишок, одержуваний з кам'яного вугілля шляхом нагрівання до 1000 °С без доступу повітря [1]. Якість коксу як сировини для металургії має першочергове значення. Кам'яновугільний кокс отримують у вигляді твердих кусків, будова і склад яких досить складні. Органічну частину коксу складає в основному вуглець, а також його сполуки з воднем та киснем, азотом та сіркою. За структурою кокс займає проміжну ступінь між вугіллям та графітом, в якому кристалічна решітка графіту присутня лише у вигляді мікрокристалів, різним чином орієнтованих між собою. На зовнішній вигляд кам'яновугільний кокс представляє собою куски видовженої більш-менш правильної форми.

Одним з найбільш інформативних та важливих показників сипучого матеріалу під час теплофізичних вимірювань є густина, яка залежить від вологості, розміру частинок, співвідношення різних фракцій ситового аналізу, тиску вище розміщених шарів [2]. Насипна густина кам'яновугільного коксу змінюється в діапазоні значень 400–1000 кг/м³ [3]. Таким чином, за значеннями насипної густини кокс відноситься до легких (менше 600 кг/м³) та середніх (600–1100 кг/м³) сипучих матеріалів. Під насипною густиною частинок сипучого матеріалу розуміють середню густину частинок матеріалу, об'єм яких включає в себе закриті та відкриті пори. Пористість являє собою відношення об'єму всіх пор куска до загального його об'єму і виражена у відсотках. Загальна пористість, яка включає закриті і відкриті пори, є важливим показником якості коксу. Пористість коксу за звичайних умов його виготовлення коливається від 49,3 % до 52,7 %.

За фракційним складом кам'яновугільний кокс розділяють на різні класи крупності, при цьому найбільший інтерес становить саме дрібний клас гранулометричним складом до 10 мм, який ще називають коксовим дріб'язком.

1.2. Теплофізичні властивості кам'яновугільного коксу

Основні роботи з дослідження коксу належать до 70–80-х років минулого століття, коли промисловість ставила за мету підвищення якості продукції за рахунок вибору оптимальних матеріалів в печах графітування. В наш час, завдяки нових можливостей технічних та обчислювальних ресурсів виникає можливість і необхідність вивчення поведінки властивостей за

конкретних технологічних умов, переслідуючи за кінцеву мету підвищення не тільки якісних показників продукції, а й енергозбереження у виробничих агрегатах. Розглянемо стан досліджень коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору кам'яновугільного коксу.

Значний внесок у вивчення теплофізичних властивостей вуглецевих матеріалів, зокрема, кам'яновугільного коксу, зробив Агроскін А.А. [3]. Агроскін А.А. отримав дані з коефіцієнта теплопровідності здрібнених зразків (до 0,25 мм) промислового коксу Криворізького та Баглейського коксохімічних заводів, густина засипки якого становить 900 кг/м^3 . Коефіцієнт теплопровідності криворізького коксу змінюється від $0,266 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$ до $0,477 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$ в діапазоні температури $150\text{--}800^\circ\text{C}$, а баглейського коксу – від $0,252 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$ до $0,471 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$ у тому ж діапазоні температури.

Агроскін А.А. здійснив вимірювання коефіцієнта теплопровідності вуглецевих засипок, застосовуваних для випалу електродних виробів. Взяті для дослідження матеріали характеризуються фракційним складом $0\text{--}2 \text{ мм}$ та насипною густиною, яка для сирого кам'яновугільного коксу становить 672 кг/м^3 , для графітованого коксу – 560 кг/м^3 , для оборотної засипки – 606 кг/м^3 . Коефіцієнт теплопровідності усіх досліджуваних засипок майже лінійно зростає з підвищенням температури. Значення коефіцієнта теплопровідності змінюються у діапазоні температури $100\text{--}800^\circ\text{C}$ і для сирого кам'яновугільного коксу становлять $0,249\text{--}0,542 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$, для графітованого коксу – $0,321\text{--}0,623 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$, для оборотної засипки – $0,246\text{--}0,541 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$. Найвища теплопровідність у графітованого коксу, не дивлячись на те, що він має найменшу насипну густина. Серед результатів досліджень приведено вплив гранулометричного складу на коефіцієнт теплопровідності коксу. Агроскін А.А. розділив матеріал на класи крупності, мм: $0\text{--}0,5$; $0,5\text{--}1,0$; $1,0\text{--}2,0$; $2,0\text{--}3,0$; $3,0\text{--}4,0$; $4,0\text{--}5,0$; $5,0\text{--}6,0$; $6,0\text{--}8,0$. Результати дослідження приведені в температурному діапазоні $100\text{--}600^\circ\text{C}$ і характеризуються загальною тенденцією зростання коефіцієнта теплопровідності із ростом розміру зерен засипки на всьому інтервалі температури. Наприклад, коефіцієнт теплопровідності графітованого коксу в діапазоні фракцій $0\text{--}8 \text{ мм}$ за температури 600°C зростає від $0,58 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$ до $1,34 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$.

Лутков А.І. [4] систематизував дані з коефіцієнта теплопровідності вуглецевих матеріалів, використовуваних в печах графітування, а саме графітований кам'яновугільний кокс та коксовий дріб'язок. Досліди були проведені в середовищі аргону та в умовах вакууму. Графітований кокс фракційним складом від 5 мм до 15 мм та густиною 480 кг/м^3 у діапазоні температури $127\text{--}827^\circ\text{C}$ має коефіцієнт теплопровідності, що змінюється в діапазоні $0,25\text{--}0,94 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$ у вакуумі та в середовищі аргону $0,38\text{--}1,11 \text{ Вт/(м}\cdot\text{К)}$. Для коксового дріб'язку розміром частинок від 5 мм до 15 мм і густиною 450 кг/м^3 приведені значення коефіцієнта теплопровідності для температурного

діапазону 127–627 °С, які збільшуються від 0,15 Вт/(м·К) до 0,87 Вт/(м·К) у вакуумі та від 0,2 Вт/(м·К) до 0,96 Вт/(м·К) у середовищі аргону. Коксовий дріб'язок фракційним складом 0–5 мм та густиною 785 кг/м³ за зміни температури від 127 °С до 627 °С характеризується зростаючим значенням коефіцієнта теплопровідності від 0,1 Вт/(м·К) до 0,43 Вт/(м·К) у вакуумі та від 0,21 Вт/(м·К) до 0,59 Вт/(м·К) у середовищі аргону.

Кузнєцов Д.М. [5] розглядав кам'яновугільний кокс фракційним складом до 4 мм і отримав дані, що значення коефіцієнта теплопровідності для діапазону температури від 300 °С до 1600 °С змінюються від 0,27 Вт/(м·К) до 2,27 Вт/(м·К).

Знамеровський В.Ю. використовував дані з коефіцієнта теплопровідності пересипки та теплоізоляції на основі кам'яновугільного коксу [6], розробляючи математичну модель промислового процесу графітування. Значення коефіцієнта теплопровідності коксу з гранулометричним складом 10–25 мм для діапазону температури 0–3000 °С змінюються від 0,7 Вт/(м·К) до 16,8 Вт/(м·К), а в коксового дріб'язку розмірами частинок 0–10 мм для того ж температурного діапазону – від 0,5 Вт/(м·К) до 13,5 Вт/(м·К).

Чарикова Л.М. [7] провела дослідження пересипки та теплоізоляції печей графітування. Дослідженню були піддані сирий та графітований кокс фракцій 0–5 мм, 5–10 мм, 10–20 мм, 0–30 мм, а також теплоізоляція, подинна та уніфікована шихта. Під час проведення дослідів матеріали нагрівалися до температури 600 °С та піддавалися тиску 98,1, 122,6 і 137,3 кН/м². Чарикова Л.М. представила дані коефіцієнта теплопровідності для температурного діапазону 100–600 °С, причому для сирого кам'яновугільного коксу значення зростають від 0,22 Вт/(м·К) до 1 Вт/(м·К) із зростанням розміру фракцій, а для графітованого – від 0,5 Вт/(м·К) до 2 Вт/(м·К). Теплоізоляція, подинна та уніфікована шихта мають близькі значення коефіцієнта теплопровідності, що змінюються у діапазоні 100–500 °С від 0,35 Вт/(м·К) до 0,75 Вт/(м·К). Представлені результати досліджуваних матеріалів із зростанням тиску характеризуються зростаючим значенням коефіцієнта теплопровідності, водночас приведені дані не дають можливості їх використовувати, оскільки матеріал, грансклад, температурний діапазон та застосовуваний тиск не мають зв'язку з реальними умовами у печах графітування.

Чичуліним М.І. [8] було проведено дослідження подинної, і теплоізоляційної шихти та коксового дріб'язку різних електродних заводів у діапазоні температури 200–1600 °С. Коефіцієнт теплопровідності різних шихт змінюється від 0,58 Вт/(м·К) до 2,91 Вт/(м·К). Чичулін М.І. також здійснив дослідження для коксового дріб'язку фракцій 0–0,5 мм, 0–1 мм, 0–2 мм, 0–10 мм і отримав значення коефіцієнта теплопровідності, що змінюються в діапазоні 0,81–4,07 Вт/(м·К) за температури 200–1600 °С, причому характеризуються вищими значеннями у порівнянні з даними інших авторів.

Чудновський А.Ф. у своїй роботі [9] звернув увагу на те, що під час дослідження теплопровідності сипучих матеріалів потрібно враховувати природу речовини, розмір зерна, температуру, тиск, під яким знаходиться матеріал, його вологість. Тільки за рахунок чіткого відтворення умов проведення експериментів можна очікувати і відтворюваності результатів вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипучих вуглецевих матеріалів.

Значний внесок у дослідження питомого електричного опору вугільних матеріалів було зроблено А.А. Агроскіним [10]. Агроскін А.А. встановив загальні тенденції змінення питомого електричного опору від розміру частинок, тиску і температури порошків та кускового коксу.

Веселовський В.С. [11] представив порівняльні графіки для різних вуглецевих матеріалів в тілі куска розміром 10 мм, де питомий електричний опір кам'яновугільного коксу у діапазоні температури 1000–2500 °С зменшується від 50 кОм·мм²/м до 10 кОм·мм²/м.

Лутков А.І. отримав дані [4] питомого електричного опору засипки з непропеченого і графітованого пекового коксу різного фракційного складу та під різним тиском. ПЕО непропеченого коксу розмірами частинок від 0 до 5 мм, що перебувають під тиском 2 кПа, в діапазоні температури 400–1300 К змінюється від 28000 Ом·мм²/м до 8000 Ом·мм²/м, а у фракції 5–15 мм в діапазоні температури 400–2500 К – від 5000 Ом·мм²/м до 490 Ом·мм²/м. Проведені досліди на графітованому пековому коксі під тиском 2 кПа і за температури 400–1300 К і гранулометричним складом 0–5 мм показали зменшення ПЕО від 21000 Ом·мм²/м до 6000 Ом·мм²/м, а для пекового коксу розміром частинок 5–15 мм – від 1600 Ом·мм²/м до 620 Ом·мм²/м. Також Лутков А.І. наводить дані ПЕО для графітованого пекового коксу фракційним складом 5–15 мм з прикладеним тиском 16 кПа в діапазоні температури 400–2500 К, які характеризуються асимптотичним зменшенням від 1000 Ом·мм²/м до 480 Ом·мм²/м.

Знамеровський В.Ю. з метою встановлення впливу ПЕО пересипки на формування температурного поля печі графітування провів дослідження на математичній моделі з використанням різних видів пересипочних вуглецевих матеріалів: антрациту, сирого та графітованого кам'яновугільного коксу [6]. Питомий електроопір вибраних матеріалів в температурному діапазоні 0–2500 °С характеризується спадною кривою. ПЕО антрациту зменшується від 20000 Ом·мм²/м, у сирого кам'яновугільного коксу – 8500 Ом·мм²/м, графітованого кам'яновугільного коксу – 4000 Ом·мм²/м. За температури 2500 °С питомий електричний опір всіх розглянутих вуглецевих матеріалів становить біля 900 Ом·мм²/м.

Таким чином, багатьма авторами проведено дослідження коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору кам'яновугільного коксу різного походження, які характеризуються широким діапазоном вимірюваних

величин, неповнотою даних про фракційний склад досліджуваного матеріалу, невідповідністю умовам вимірювань, що дозволили б наблизитися до технологічних умов у печах графітування (25–30 кПа) з метою подальшого їхнього використання для розрахунків 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, що дозволило б вирішити дану проблему, вимагає розроблення та створення установки з необхідними технічними характеристиками. З цією метою проаналізуємо існуючі методи та установки, які б дозволили здійснити вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипучих вуглецевих матеріалів у високотемпературному діапазоні.

1.3. Теоретичні методи визначення коефіцієнта теплопровідності

Вуглець існує як у кристалічних модифікаціях у вигляді алмазу, графіту, фулерена, карбіна і лонсдейліта, так і в аморфній модифікації: кокс, сажа, кам'яні, бурі і деревні вугілля, активоване вугілля [12]. Відомо, що у вуглецевих матеріалів тепла енергія передається в основному за допомогою зв'язаних коливань вузлів атомної решітки [3]. Зазвичай тепловим коливанням кристалічної решітки співставляють рух квазічастинок – фононів. Порівнюючи рух фононів з рухом молекул ідеального газу в посудині і поширюючи на фононний газ деякі висновки кінетичної теорії, згідно з якою коефіцієнт теплопровідності описується рівнянням Дебая [13]

$$\lambda = \frac{1}{3} c_v v l, \quad (1.1)$$

де λ – фононний коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К); c_v – теплоємність, Дж/(м³·К); v – швидкість звуку, м/с; l – середня довжина вільного пробігу фонона, тобто середня відстань, яку проходить фононний пакет між актами розсіювання, м.

Коефіцієнт теплопровідності твердих тіл значною мірою залежить від мікро– та макроструктурних факторів, що характеризують дане тіло. Причому структура матеріалу істотно впливає не тільки на значення коефіцієнта теплопровідності, а й на характер його температурної залежності. Розглянемо існуючі структури вуглецевих матеріалів у вигляді монокристалів, аморфних тіл і полікристалічних речовин. Монокристал представляє собою окремий однорідний кристал, що має безперервну кристалічну решітку та характеризується анізотропією властивостей. Коефіцієнт теплопровідності монокристалів змінюється з підвищенням температури по кривій з максимумом (рис. 1.1, крива 1).

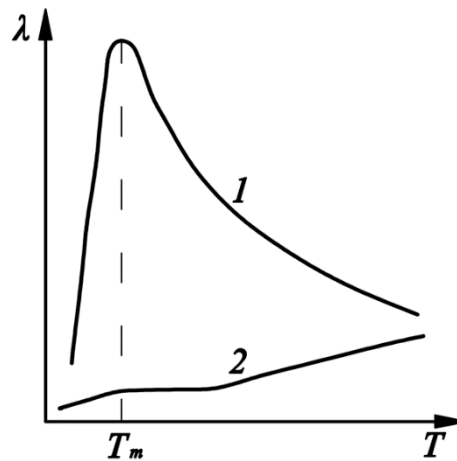


Рис. 1.1. Температурна залежність коефіцієнта теплопровідності кристалів (1) і аморфних тіл (2)

За температури нижче максимуму на коефіцієнт теплопровідності ефективно впливає тільки теплоємність, чим пояснюється зміна λ за законом AT^n , характерного для температурної залежності теплоємності [9]. За температури більше T_m зростає розсіювання потоку енергії внаслідок взаємодії фононів, тому в результаті коефіцієнт теплопровідності кристала буде змінюватися приблизно пропорційно T^{-1} [13].

Коефіцієнт теплопровідності аморфних тіл завжди значно нижчий теплопровідності відповідних кристалів. Високий тепловий опір аморфних тіл пов'язаний із розсіюванням та поглинанням фононів нерегулярністю структури. На відміну від монокристалів, коефіцієнт теплопровідності яких змінюється зі зростанням температури за кривою з максимумом, для аморфних тіл характерне безупинне його зростання. Іноді на температурній залежності коефіцієнта теплопровідності аморфних речовин спостерігається плато, положення якого збігається з положенням максимуму коефіцієнта теплопровідності відповідного кристала (див. рис. 1.1, крива 2).

Більшість тіл, що мають полікристалічну структуру, займають проміжне положення між монокристалами та аморфними тілами. Визначальними чинниками за умови віднесення їх до тієї чи іншої групи є розміри й ступінь взаємної орієнтації кристалів.

Коефіцієнт теплопровідності полікристалічних тіл, як правило, вищий, ніж у аморфних, але нижча, ніж у монокристалів. Температурна залежність коефіцієнта теплопровідності полікристалічних матеріалів визначається середніми розмірами їх кристалітів. За умови їх достатнього значення загальний характер кривої температурної залежності коефіцієнта теплопровідності нагадує залежність $\lambda(T)$ монокристалів, причому максимум коефіцієнта теплопровідності має тим менше значення і зміщення у сторону більш високих значень температури, чим менші розміри кристалітів [14]. У міру зменшення кристалітів крива $\lambda(T)$ все більше сплющується і

наближається до залежності, характерної для аморфних тіл.

Виходячи із вище розглянутих різновидів структури монолітних матеріалів із застосовною до них теорією теплопровідності, вуглецевий матеріал, а саме кокс, відноситься до аморфних речовин. Водночас графітований кокс має включення кристалічної структури внаслідок високотемпературної обробки, що дозволяє віднести його до полікристалічних речовин [15].

Характер змінення коефіцієнта теплопровідності твердих тіл дозволяє описати складову твердих частинок сипучого матеріалу, макроструктура якого являє собою конгломерат основного матеріалу і різних за властивостями, формою і розмірами твердих або газоподібних включень. Для сипучих матеріалів є характерною наявність пор та контактний термічний опір між частинками, що мають визначальний вплив на значення та характер змінення коефіцієнта теплопровідності. Таким чином, температурна залежність коефіцієнта теплопровідності сипучого матеріалу визначається розмірами частинок та структурою твердої складової.

Коефіцієнт теплопровідності зернистих та порошкових вуглецевих матеріалів є ефективною характеристикою, що враховує теплопровідність самого матеріалу, контактну теплопровідність на границях частинок і випромінювання та конвекцію в міжчастинковому просторі. Коефіцієнт ефективної теплопровідності залежить від розмірів частинок, прикладеного механічного тиску і температури. Для дисперсного матеріалу фракційним складом до 10 мм можна знехтувати конвекцією в міжчастинковому просторі [9] (при цьому похибка вимірювання не перевищує 2,5 % за розмірів повітряних прошарків 10 мм з перепадом температури на них 10–25 К).

Коефіцієнт ефективної теплопровідності дисперсного матеріалу залежить від його густини і гранулометричного складу, теплопровідності твердої і газоподібної фаз, температури, щільності упаковки та ряду інших факторів.

Коефіцієнт ефективної теплопровідності засипок можна обчислити за формулою Міснар А. [16] для подрібненого кам'яновугільного коксу (фракція менша за 0,25 мм) зі значеннями емпіричних коефіцієнтів a і b – 0,2 і 0,8, відповідно [17]

$$\lambda = a\lambda' + b\lambda'', \quad (1.2)$$

$$\lambda' = \lambda_0 \left[1 + p \frac{1 - \lambda_0 / \lambda_{\Gamma}}{1 - p^{\frac{1}{3}} (1 - \lambda_0 / \lambda_{\Gamma})} \right], \quad (1.3)$$

$$\lambda'' = \lambda_{\Gamma} \left[1 + B \frac{1 - \lambda_{\Gamma} / \lambda_0}{1 - B^{\frac{1}{3}} (1 - \lambda_{\Gamma} / \lambda_0)} \right], \quad B = 1 - p, \quad (1.4)$$

де λ' – коефіцієнт теплопровідності твердої фази з газоподібними включеннями, Вт/(м·К); λ'' – теплопровідність газової фази з твердими включеннями, Вт/(м·К); a і b – емпіричні коефіцієнти; p – пористість, частка одиниці.

М. Віке і В. Петерсон [18] на основі вимірювань коефіцієнта теплопровідності подрібнених вуглецевих матеріалів діаметром частинок від 0,4 мм до 4 мм отримали емпіричні формули для обчислення коефіцієнта ефективної теплопровідності в інтервалі температури 50–200 °С з похибкою не більше 2 %:

– для антрациту

$$\lambda = 1,163 \left(0,083 d^{-0,063} + 20,6 \cdot 10^{-5} d^{-0,131} t \right); \quad (1.5)$$

– для полум'яного вугілля

$$\lambda = 1,163 \left(0,063 d^{-0,119} + 31,3 \cdot 10^{-5} d^{-0,03} t \right) \quad (1.6)$$

де λ – коефіцієнт ефективної теплопровідності, Вт/(м·К); d – середній діаметр зерна, мм; t – температура, °С.

М. Віке і В. Петерсом встановлені адитивні співвідношення для сумішей декількох фракцій матеріалу з відомими значеннями коефіцієнта теплопровідності

$$\lambda_m = g_1 \frac{\rho_m}{\rho_1} \lambda_1 + g_2 \frac{\rho_m}{\rho_2} \lambda_2, \quad (1.7)$$

де індекси «1», «2», « m » – перша, друга фракції та їхня суміш; g – масова частка фракції у суміші; ρ – позірна густина, кг/м³.

Низькотемпературний діапазон та застосовність лише для здрібнених вугільних матеріалів (до 4 мм) обмежують можливості емпіричних формул.

Варто також звернути увагу на теорію теплопровідності систем з взаємно проникаючими компонентами (представлена тілами з великою часткою відкритих пор), що розроблена Г.М. Дульнєвим [19, 20].

Дульнєв Г.М. у своїй роботі розглядав зернистий матеріал як поліструктурну систему, якій притаманна стійкість та ізотропність у всьому діапазоні зміни пористості. Модель будови зернистої системи з каркасом і просторовою мережею пустот, що утворюють між собою структуру з взаємно проникаючими компонентами, враховує хаотичний характер укладання

утворюючих каркас частинок. Коефіцієнт ефективної теплопровідності зернистого матеріалу Дульнєв Г.М. запропонував розраховувати за допомогою аналітичної формули, що містить коефіцієнт теплопровідності каркасу λ_{κ} , газової компоненти в порах λ_{22} , геометричний параметр C_2 , що характеризує об'ємну концентрацію каркасу і пов'язаний з пористістю структури

$$\lambda = \lambda_{\kappa} \left[C_2^2 + \frac{\lambda_{22}}{\lambda_{\kappa}} (1 - C_2)^2 + 2 \frac{\lambda_{22}}{\lambda_{\kappa}} C_2 (1 - C_2) \left(\frac{\lambda_{22}}{\lambda_{\kappa}} C_2 + 1 - C_2 \right)^{-1} \right] \quad (1.8)$$

Для обчислення коефіцієнта теплопровідності каркасу Дульнєв Г.М. застосував елемент хаотичної структури з усередненими параметрами. Точність визначення коефіцієнта ефективної теплопровідності зернистих матеріалів залежить від ступеня достовірності даних з пористості, теплофізичних властивостей компонент, параметрів контакту тощо. Дульнєв Г.М. привів зіставлення результатів розрахунків з експериментальними даними для різних природних та штучних зернистих матеріалів (оксид магнію, цирконію, алюмінію, зерен урану, порошку дифеніламіну, сталі та ін.), компонент в порах (повітря, гелій, азот, вода), тиску газу-наповнювача ($1,33 \cdot 10^{-2}$ – $1,33 \cdot 10^6$ Па), в діапазоні температури 90–1400 К. Характерною особливістю застосовуваної моделі [19, 20] для розрахунків зернистого матеріалу є розмір частинок, який не перевищує 1 мм. Такий розмір частинок відповідає найбільш щільній упаковці, що вимагає модель з дотриманням пористості зернистого матеріалу в межах $0 \leq m_2 \leq 0,4$. Це не дає змоги вивчити характер залежності коефіцієнта ефективної теплопровідності сипучого вуглецевого матеріалу від гранулометричного складу. Водночас модель не враховує пористість структури самого зерна матеріалу. За твердженням Дульнєва Г.М. похибка визначення пористості та теплофізичних властивостей компонент, як правило, знаходяться у межах 3–10 %, причому величини, пов'язані із розміром частинок, діаметром контактних плям, висотою шорсткості, зазвичай задають орієнтовно і їхні похибки можуть досягати великих значень. Таким чином, запропонована Г.М. Дульнєвим розрахункова формула має значну залежність від точності вхідних даних, а тому може бути застосована лише для якісної характеристики коефіцієнта ефективної теплопровідності сипучого матеріалу з розмірами частинок до 1 мм.

Відсутність універсальної теоретичної моделі, яка дозволила б розрахувати теплофізичні властивості сипучих вуглецевих матеріалів, вказує на те, що основним засобом для отримання необхідної залежності за заданих умов є експериментальні вимірювання.

1.4. Експериментальні методи визначення коефіцієнта теплопровідності

1.4.1. 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 [21]

$$Q = -\lambda \frac{\partial t}{\partial n} F \quad (1.9)$$

і диференціальне рівняння теплопровідності

$$\frac{\partial^2 t}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial z^2} = 0. \quad (1.10)$$

Ці рівняння дають можливість отримати частинні розв'язки для тіл певної геометричної форми за заданих умов однозначності. Розв'язання диференціальних рівнянь (1.9) і (1.10) для одномірного температурного поля тіла з простою геометричною формою дає змогу знайти його коефіцієнт теплопровідності

$$\lambda = \frac{Q}{t_{c1} - t_{c2}} K, \quad (1.11)$$

$$K = \frac{\delta}{F}, \quad K = \ln\left(\frac{d_2}{d_1}\right) \frac{1}{2\pi l}, \quad K = \left(\frac{1}{d_1} - \frac{1}{d_2}\right) \frac{1}{2\pi}, \quad (1.12)$$

де λ – коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К); Q – тепловий потік, Вт; K – коефіцієнт форми досліджуваного 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; F – площа поверхні, через яку проходить тепловий потік, м²; l – довжина циліндричного шару, м; d_1 , d_2 – відповідно внутрішній і зовнішній діаметри циліндричного і сферичного шару досліджуваної речовини, м.

Вище приведена формула (1.11) є розрахунковим рівнянням стаціонарних методів пластини, коаксіальних циліндрів та кулі з відповідними коефіцієнтами форми досліджуваного матеріалу (1.12). Загальний принцип вимірювання коефіцієнта теплопровідності полягає у визначенні теплового

потоків Q , що проходить через дослідний зразок заданих розмірів, і перепаду температури, виміряного на обох його ізотермічних поверхнях [22, 23, 24, 25].

Стационарні методи пластини, коаксіальних циліндрів, кулі характеризуються простотою методики. Водночас під час їхньої практичної реалізації виникають труднощі з точністю вимірювання теплових потоків, що проходять через досліджуваний матеріал. Незважаючи на те, що метод кулі дає можливість створити одномірний тепловий потік без застосування охоронних нагрівників та адіабатичних пристроїв, все ж таки відрізняється складністю виготовлення деталей кульової форми, вимагає строгого центрування куль, рівномірності заповнення кульового простору у випадку дослідження сипучого матеріалу. Для створення одномірного температурного поля у разі застосування методу пластини слід використовувати бічні нагрівники, тоді як для методу коаксіальних циліндрів – торцеві, використання яких можна уникнути за допомогою додаткового «утеплення» торців. Похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності матеріалів стаціонарними методами становить біля 5–10 %.

До стаціонарних методів також відноситься метод Кольрауша (F. Kohlrausch) [26, 27, 28, 29] для визначення коефіцієнта теплопровідності електропровідних матеріалів. Метод ґрунтується на пропусканні електричного струму через досліджуваний матеріал, вимірюванні розподілу температури вздовж зразка і теплоти, що в ньому виділяється. Джоулева теплота, що виділяється у зразку, відводиться через торці та випромінюється на поверхні. Вздовж зразка встановлюється стаціонарний розподіл температури з максимумом в центральній частині. Для розрахунку коефіцієнта теплопровідності методом прямого нагрівання використовують рівняння

$$\lambda = \frac{I^2 \rho}{(T_{\text{ц}} - T_{\text{т}}) S^2}, \quad (1.13)$$

де I – електричний струм, що пропускається через досліджуваний матеріал, А; ρ – питомий електричний опір матеріалу, Ом·м; S – площа поперечного перерізу досліджуваного матеріалу, м²; $T_{\text{ц}}$ – температура у 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 монографії розглядається кам'яновугільний кокс, який є електропровідним матеріалом, даний метод для дослідження теплопровідності не можливо застосувати, тому що сипучий матеріал має ускладнений характер зв'язку коефіцієнта теплопровідності та електропровідності через вплив контактного опору між його частинками.

1.4.2. Нестационарні методи визначення коефіцієнта теплопровідності

Для дослідження теплопровідності методом нестационарного теплового потоку використовуються диференціальні рівняння з похідною за часом, які мають вигляд [23, 30, 31]:

$$\frac{\partial Q_{\tau}}{\partial \tau} = - \frac{\partial t}{\partial n} F, \quad (1.14)$$

$$c_p \rho \frac{\partial t}{\partial \tau} = \lambda \left(\frac{\partial^2 t}{\partial x^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial y^2} + \frac{\partial^2 t}{\partial z^2} \right). \quad (1.15)$$

Розрахункові рівняння для нестационарних режимів теплопровідності є більш складними, ніж для стаціонарних. Тому нестационарні методи дослідження теплових властивостей є недостатньо розробленими і менш розповсюдженими, хоча вони мають ряд переваг порівняно зі стаціонарними методами, даючи змогу зменшити тривалість дослідів, послабити вимоги до теплоізоляції.

Серед нестационарних методів слід 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 [31] і надалі поглиблена іншими дослідниками [32–39]. Методи регулярного теплового режиму характеризуються упорядкованістю 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 у часі для будь-якої точки тіла описується експоненціальною функцією

$$\vartheta = t - t_c = A U e^{-m\tau}, \quad (1.16)$$

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

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

$$m = \frac{\ln \vartheta_1 - \ln \vartheta_2}{\tau_2 - \tau_1}. \quad (1.17)$$

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

До переваг методу регулярного режиму першого роду можна віднести високу точність експерименту, незначну 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 вимагає сталої температури середовища t_c протягом усього дослідів.

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 сталим коефіцієнтом тепловіддачі і температурою середовища t_p , що змінюється з постійною швидкістю m

$$t_p = t_c + m\tau. \quad (1.18)$$

Метод регулярного режиму другого роду представляє собою деякий «ідеальний» варіант, важко реалізовуваний на практиці, тому що в більшості досліджуваних матеріалів шуканий коефіцієнт теплопровідності не є сталим, 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 ліній.

Метод монотонного нагрівання є узагальненням методу регулярного режиму другого роду (квазістаціонарного режиму) на випадок змінної швидкості температурного перепаду в зразку і температурної залежності коефіцієнта теплопровідності [40, 41].

У процесі проведення дослідів зразок нагрівають з постійним тепловим потоком на поверхні, а температуру тіла вимірюють поблизу поверхні та на осі, що дає можливість для визначення коефіцієнта теплопровідності використати формулу [42, 43]

$$\lambda = \frac{qR}{2K\Delta t} (1 + \sum \Delta \sigma), \quad (1.19)$$

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 відповідно $K = 1, 2, 3$; 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 і температура поверхні [42]

$$t = t_c + A \cos(\omega \tau), \quad (1.20)$$

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

Коливання температури на поверхні зразка досягають за допомогою періодичного теплового потоку. У разі 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 і частотою коливань [26, 28, 44]. 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 $Pd = f(A_r/A_0)$,

$$a = (\omega r^2)/Pd, \quad (1.21)$$

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.

Даний 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 коефіцієнта температуропровідності та коефіцієнта теплопровідності, що обумовлено динамічними похибками через вплив теплоємності та періодичної складової потужності нагрівника, амплітудних періодичних складових температури, втрати зразком теплоти за рахунок теплообміну з навколишнім середовищем, контактний опір між зразком та нагрівником. Необхідною умовою застосування методу є зменшення товщини зразка, тому його застосування для сипучих матеріалів різного фракційного складу є неможливим.

Метод гарячого дроту широко застосовують для вимірювання коефіцієнта теплопровідності різних вогнетривких матеріалів. Даний метод стандартизований нормативами ISO 8894-1 [45] та IS O8894-2 [46] як метод хрестовини та паралельних дротів, відповідно.

Метод хрестовини передбачає вимірювання коефіцієнта теплопровідності матеріалів значенням не вище 1,5 Вт/(м·К) (з використанням спаю термодари на нагрівальному дроті) та не вище 15 Вт/(м·К) (у разі використання термометра опору у якості нагрівального дроту) в температурному діапазоні 20–1250 °С. Даний метод можна застосовувати для порошкових і гранульованих матеріалів.

Метод хрестовини базується на вимірюванні підвищення температури лінійного джерела теплоти, встановленого в зразку, під час виділення цим джерелом постійного теплового потоку протягом невеликого проміжку часу [26, 41]. У якості джерела теплоти використовують дріт, через який пропускають електричний струм. У схемі методу застосовують два способи вимірювання температури гарячого дроту: 1) привареною термодарою 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 та значення потужності є достатніми для визначення коефіцієнта теплопровідності за формулою

$$\lambda = \frac{1}{4\pi} \frac{UI}{l} \frac{\ln(\tau_2/\tau_1)}{t_2 - t_1}, \quad (1.22)$$

де I – сила електричного струму, що проходить через 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 здійснювати вимірювання коефіцієнта теплопровідності не вищого за 25 Вт/(м·К) від кімнатної температури до 1250 °С.

Суть методу полягає в задаванні сталої електричної потужності на дрові високого опору, що розміщується у дослідному зразку. Термопара вмонтована на певній відстані від гарячого дроту. Зростання температури з часом є мірою коефіцієнта теплопровідності матеріалу, з якого виготовлені дослідні зразки

$$\lambda = \frac{UI}{4\pi l} \frac{\text{Eu} \left(\frac{r^2}{4a\tau} \right)}{T(r, \tau) - T_0}, \quad (1.23)$$

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

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

Метод лазерного спалаху найбільш часто застосовують для визначення теплофізичних властивостей твердих речовин, який може бути використаний у широкому діапазоні температури (від мінус 100 °С до 3000 °С) [29, 47, 48]. Суть методу лазерного спалаху полягає у 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 [49], що передбачає однорідність зразка, одномірність теплового потоку в зразку, відсутність теплових втрат, незалежність властивостей від температури, нескінченно короткий тепловий імпульс. Для практичного застосування даного методу слід враховувати неідеальності умов експерименту. Таким чином, розрахункові формули для визначення коефіцієнта температуропровідності, теплоємності та коефіцієнта теплопровідності мають вигляд:

$$a = \frac{1,388\delta^2}{\pi^2\tau_{1/2}}; \quad (1.25)$$

$$c_p = \frac{Q}{t_{\max}m}; \quad (1.26)$$

$$\lambda = ac_p\rho, \quad (1.27)$$

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, що 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 слід віднести високу вартість апаратури, збільшення втрат теплоти за час поширення імпульсу з поверхні зразка у навколишнє середовище із збільшенням його розмірів, неможливість його застосування для сипучого матеріалу різного гранулометричного складу.

Варто виділити методи, що ґрунтуються на розв’язку зворотної задачі теплопровідності (ЗЗТ), і при цьому не вимагають створення складних експериментальних установок [26, 50]. Дані методи визначення коефіцієнта теплопровідності складаються з двох основних частин: 1) методики розв’язку зворотної задачі теплопровідності, що включає математичну модель тепломасоперенесення в досліджуваному матеріалі; 2) експериментального визначення температурних полів у зразках досліджуваних матеріалів.

Зворотні задачі теплопровідності за своєю суттю 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 об’ємну теплоємність (причини). Імпульс розвитку методології числового розв’язку зворотних задач теплопровідності дали роботи А.Н. Тихонова [51]. Введення в його роботах поняття алгоритму регуляризації дало можливість перевести велику кількість некоректних за Адамаром задач в клас умовно коректних і отримати їхні розв’язки.

К.Б. Ісаєв запропонував метод розв’язання ЗЗТ [26], що ґрунтується на квазістаціонарному режимі нагрівання і характеризується простотою співвідношень для отримання ТФХ в нелінійному одновимірному випадку. Реалізують даний метод за допомогою вимірювання 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 $C_{v0} = \text{const}$ та потужності внутрішнього джерела теплоти $q_v = 0$ має вигляд

$$\lambda(\bar{t}_m) = \frac{V_w^2 (\tau_{m+1} - \tau_m) C_{v0}}{\ln \left[1 + \frac{t_{m+1} - t_m}{t_m - t_0} \right]}, \quad i = \overline{0, N}; \quad m = i + 1; \quad \bar{t}_m = (t_m + t_{m+1})/2, \quad (1.27)$$

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 та початковий інтервал часу, °С.

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

$$F_i(\mathbf{k}) = \sum_i^m [t_{iM}(\mathbf{k}) - t_{iE}]^2 \rightarrow \min \quad (1.28)$$

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

Шукану температурну залежність коефіцієнта теплопровідності представляють у вигляді функціонального ряду, базисними функціями якого являються кубічні сплайни. Для пошуку вектора шуканих параметрів використовують ітераційну ідентифікацію. При цьому приріст вектора шуканих параметрів знаходять з розв'язання 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 в 3–4 перерізах зразка досліджуваного матеріалу.

Попри достоїнства методів цієї групи в можливості визначення ТФХ найрізноманітніших матеріалів в різних умовах їх нагрівання, простоті розрахункових формул, методи ЗЗТ є наближеними методами обчислення коефіцієнта теплопровідності, результати яких залежать від похибки вхідних даних. Вимірювання температури в кількох точках сипучого матеріалу контактним способом характеризується невизначеністю положення і контакту з гранулою або міжчастинковим простором, що вносить додаткову похибку.

Недоліком методу регуляризації є великий об'єм обчислень, пов'язаний із процедурою пошуку потрібного значення параметра регуляризації та згладжуванням даних розв'язку задачі в межах похибки вимірювання. Згладжування отримуваної кривої досягають розширенням діапазону похибки вимірювання, що у свою чергу збільшує ризик відхилення від істинного значення. Методи ЗЗТ, реалізовані К.Б. Ісаєвим, були застосовані до композитних матеріалів, що мають монолітну структуру та мають невеликі розміри, що не може гарантувати точності у випадку вимірювання сипучого матеріалу різного гранулометричного складу.

Незважаючи на достоїнства нестационарних методів вимірювання коефіцієнта теплопровідності в можливості проведення комплексних експрес-вимірювань, простоті геометрії зразків, більшість методів надійно реалізовані лише за кімнатної і середньої температури. Нестационарні методи характеризуються складністю розрахункових формул і забезпечення необхідних граничних умов, необхідністю створення значних градієнтів температури у досліджуваному зразку та проблематичністю застосування для сипучих 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.

1.5. 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 у діапазоні від 0,13 Вт/(м·К) до 15 Вт/(м·К) за стаціонарного одновірного температурного поля у плоскому зразку і за температури на гарячій стороні зразка від 400 °С до 1350 °С [52, 53].

Основою установки є електропід, що забезпечує одностороннє нагрівання дослідного зразка до заданої температури. Під складається із двох частин: верхньої та нижньої. У верхній частині розташовані нагрівники. У нижній частині печі в одній горизонтальній площині розташований калориметр із охоронним кільцем і водяною сорочкою. Калориметр служить для вимірювання теплового потоку, що створює перепад температури на дослідному зразку. Відносна похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності установки не перевищує 15 %.

Установка дає можливість використовувати прості форми дослідних зразків (паралелепіпед) та нагрівати їх до високої температури. До недоліків даної установки слід віднести складність експлуатації калориметричної системи і системи термостатування води, низька середня температура зразка і

значний температурний градієнт, який для розрахунків коефіцієнта теплопровідності дає суттєву похибку віднесення.

Уникнути використання калориметра та вимірювання теплового потоку через дослідний зразок запропоновано за допомогою установки [3], у якій дослідний зразок розміщують між матеріалами з відомою температурною залежністю коефіцієнта теплопровідності, по температурних перепадах яких здійснюють розрахунок шуканого коефіцієнта теплопровідності. Однак в такому випадку виникають складнощі у виборі еталонного матеріалу для високотемпературного діапазону.

Відома також установка, що реалізовує метод пластини, який описаний у стандарті ISO 8302:1991 «Thermal insulation - Determination of steady-state thermal resistance and related properties - Guarded hot plate apparatus» [54]. Тепловий потік створюють центральним нагрівником, зверху та знизу якого розміщені зразки досліджуваного матеріалу, а з холодної сторони зразків встановлені додаткові нагрівники з нижчою температурою. Розрахунок коефіцієнта теплопровідності матеріалу здійснюють за відомою формулою, що витікає із закону Фур'є, за відомими значеннями потужності центрального нагрівника, товщини зразка і різницею температури на гарячій та холодній сторонах зразків. Для вимірювання сипучого матеріалу стандарт вимагає десятикратної висоти засипки по відношенню до максимального розміру гранули. В такому випадку можливе утворення конвекційних потоків, що приведуть до асиметричності температурного поля у двох зразках матеріалу.

Таким чином, установки, що реалізують метод пластини, мають ряд недоліків, що ускладнюють їхнє використання для вимірювання сипучих вуглецевих матеріалів у діапазоні температури до 1000 °С.

Метод коаксіальних циліндрів набув значного поширення завдяки можливості створення одномірного температурного поля без застосування додаткового бічного нагріву. Для вимірювання вуглецевих порошків для значень температури 400–1100 К Лутков А.І. використав установку [4], вимірювальна комірка якої являє собою простір, утворений коаксіальними циліндрами. Нагрівання матеріалу здійснюють за допомогою центрального нагрівника, що створює значний температурний градієнт в досліджуваному матеріалі та похибку віднесення. Цього недоліку можна уникнути за допомогою зміненої конструкції дослідних установок, що містять додатковий нагрівник на зовнішній коаксіальній трубі (фоновий нагрівник). Варгафтик Н.Б., Смірнова Є.В. [55], Федоров В.І., Мачуєв В.І. [56] та Дешко В.І. [57] запропонували установку, що завдяки своїй конструкції дає змогу вимірювати коефіцієнт теплопровідності газів та рідин у діапазоні температури до 1500 °С. Прилад складається із двох співвісних циліндрів – внутрішнього та зовнішнього, які з торців мають охоронні циліндри відповідного діаметру. Охоронні циліндри слугують для ліквідації теплових втрат крізь торці.

У внутрішньому циліндрі розташований електричний нагрівник, що створює тепловий потік крізь матеріал. Увесь пристрій розміщують у термостаті, що являє собою трубу із нержавіючої сталі з намотаними на зовнішній поверхні трьома електричними нагрівниками. Коефіцієнт теплопровідності визначають по тепловому потоку крізь досліджувану речовину і різниці температури на поверхнях коаксіальних труб.

Неможливість застосування конструкції вказаного пристрою полягає у тому, що він розрахований на вимірювання коефіцієнта теплопровідності газів та рідин і не може бути використаний для дослідження сипучих матеріалів різного гранулометричного складу. Дана обставина вимагає розроблення та створення дослідної установки з урахуванням конструкційних особливостей існуючих пристроїв для можливості проведення вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипучих вуглецевих матеріалів.

1.6. Висновки і завдання досліджень

Аналіз сучасного стану проблеми дослідження коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів дозволяє зробити такі висновки.

1. Наявні у літературі дані з коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору кам'яновугільного коксу характеризуються широким діапазоном вимірюваних величин, неповнотою даних про фракційний склад, невідповідністю технологічним умовам у печах графітування (25–30 кПа), що не дає змоги використати їх для розрахунків температурних полів печей графітування Ачесона.

2. Аналіз літературних джерел за методами дослідження теплопровідності показав, що стаціонарний метод коаксіальних циліндрів дає можливість проводити дослідження сипучих електропровідних матеріалів в широкому діапазоні температур.

3. Серед описаних у літературі установок, що дають можливість реалізувати метод коаксіальних циліндрів, наявні конструкції, які розраховані на дослідження рідин та газів. Для розроблення установки вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипучих вуглецевих матеріалів за основу вибрана конструкція, вимірювальна комірка якої утворена концентричними нагрівниками – центральним та фоновим, що зменшує температурний градієнт в досліджуваному матеріалі та підвищує точність вимірювання коефіцієнта теплопровідності.

Таким чином, відсутність даних з коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів для конкретних технологічних умов у печах графітування, що дали б змогу здійснити розрахунки температурних полів в об'ємі печі з метою проведення робіт з її конструктивного вдосконалення, а також відсутність установок для

вимірювання вище названих теплофізичних параметрів вимагає проведення науково-дослідних робіт в наступному порядку:

1. Розробити методику вимірювання коефіцієнта теплопровідності і питомого електричного опору, теплоелектричну математичну та числову моделі розроблюваних конструкцій установок, на основі яких оцінити систематичну похибку вимірювання коефіцієнта теплопровідності і ПЕО та обґрунтувати доцільність виготовлення установок.

2. Розробити конструкції установок для вимірювання коефіцієнта теплопровідності і ПЕО сипучого вуглецевого матеріалу та виконати налагоджувальні дослід.

3. Провести планування експерименту і розрахувати регресійні рівняння фізичних властивостей для досліджуваного сипучого вуглецевого матеріалу.

4. Провести експериментальне дослідження коефіцієнта теплопровідності і ПЕО сипучого вуглецевого матеріалу за фіксованих умов тиску 27 кПа, що відповідають технологічним умовам у печах графітування.

5. Визначити кореляційну залежність між коефіцієнтом теплопровідності і ПЕО.

6. Дослідити вплив зміни фізичних властивостей теплоізоляційної шихти на температурні поля на прикладі печі графітування Ачесона.

2. РОЗРОБЛЕННЯ УСТАНОВКИ ТА МЕТОДИКИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ

2.1. Задачі, що передбачають створення дослідної установки та методики

Літературний огляд стану дослідження коефіцієнта теплопровідності сипучих вуглецевих матеріалів показав відсутність необхідних даних та установки, що дозволила б дослідити закономірності коефіцієнта теплопровідності кам'яновугільного коксу за різних фракцій, температури та тиску. Розроблювана дослідна установка для вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипучих вуглецевих матеріалів повинна відповідати наступним технічним характеристикам:

- робочий діапазон температури від 100 °С до 1000 °С;
- 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 та техніки дають можливість обґрунтувати доцільність та працездатність розроблюваної методики та установки разом із зменшенням матеріальних та часових затрат на етапах її створення та налагодження. Це можливо 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 досліди на шамотному, кварцовому та сипучому вуглецевому зразках дають змогу визначити повну похибку вимірювання коефіцієнта теплопровідності розробленою установкою. Планування експерименту дає можливість оптимізувати процес вимірювання за кількістю дослідних точок, достатніх для опису характеру залежності коефіцієнта теплопровідності.

2.2. Методика вимірювання коефіцієнта теплопровідності

Для вимірювання коефіцієнта теплопровідності за основу взятий стаціонарний метод циліндричного шару, розрахункова формула якого базується на законі Фур'є

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

де λ – коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К); Δt – різниця температури, викликана включенням центрального нагрівника, °С; d_2 , d_1 – зовнішній і

внутрішній діаметри шару досліджуваного матеріалу, м; q_l – лінійна густина теплового потоку, Вт/м.

Лінійна густина теплового потоку визначається за формулою

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

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

Температурні рівні вимірювання забезпечуються фоновими нагрівниками у разі вимкненого центрального нагрівника, в результаті чого виникає різниця температури на внутрішній та зовнішній поверхнях досліджуваного матеріалу, яка за високої температури становить кілька градусів Кельвіна (Цельсія). 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.

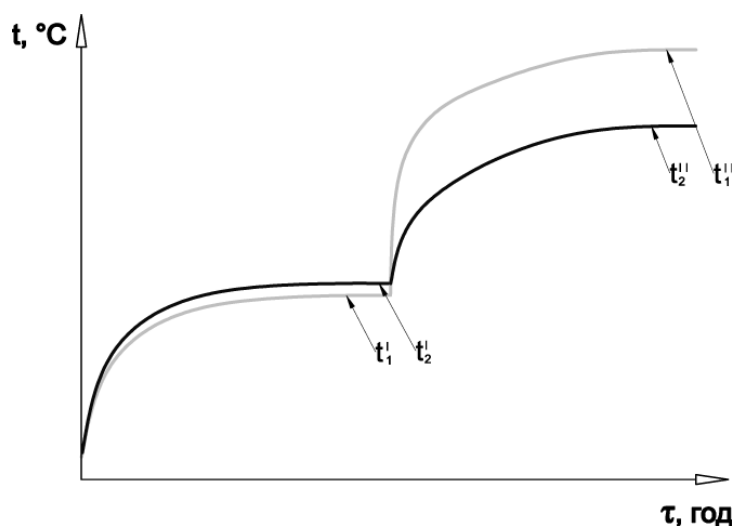


Рис. 2.1. Температурні поля у разі вимірювання методом, що заснований на принципі суперпозиції

Розроблену методику [58] можна пояснити графіком змінення температури поверхонь дослідного зразка з часом з двома етапами нагрівання (рис. 2.1). Перший етап нагрівання супроводжується включенням фонових нагрівників, після чого на поверхнях зразка встановлюється стаціонарний температурний режим, що характеризується незмінною у часі температурою внутрішньої границі шару досліджуваного матеріалу t_1^I та зовнішньої границі – t_2^I . Після цього включають центральний нагрівник, який створює

стаціонарне температурне поле на поверхнях зразка з температурою $t_1^{\text{II}}, t_2^{\text{II}}$ і являє собою другий етап – вимірювання коефіцієнта теплопровідності.

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

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

де $t_1^{\text{I}}, t_2^{\text{I}}$ – стаціонарна температура внутрішньої і зовнішньої поверхні шару матеріалу за умови включеного фонових нагрівників, °С; $t_1^{\text{II}}, t_2^{\text{II}}$ – стаціонарна температура внутрішньої і зовнішньої поверхні шару матеріалу після включення центрального нагрівника, °С.

Слід відзначити також значну перевагу застосування принципу суперпозиції температурних полів, яка полягає у можливості уникнути впливу систематичної похибки показів термопар, оскільки вирішальними є різниці температурних перепадів до і після включення центрального нагрівника. Систематичне відхилення показів термопар демонструє числовий розрахунок (рис. 2.2) температури на поверхнях плоскої стінки з двома етапами нагрівання. Похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності без врахування суперпозиції температурних полів (без врахування перепаду температури, створюваного фоновим нагрівником) становить майже 22 %, тоді як із врахуванням – біля 1 %.

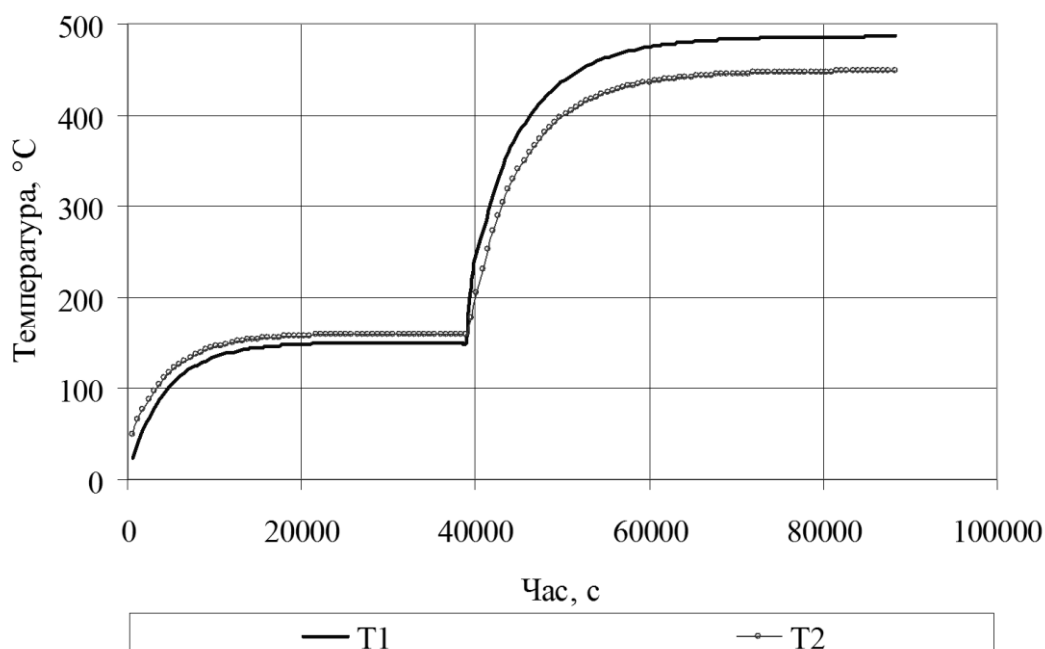


Рис. 2.2. Змінення температури на поверхнях досліджуваного матеріалу за даними числового розв'язання задачі теплопровідності

2.3. Фізична, математична модель та числовий розрахунок температурних полів розроблюваної установки

Розроблювана дослідна установка має забезпечити необхідне температурне поле у зоні вимірювання, конструкцію якої можна апріорно відпрацьовувати за допомогою математичного моделювання. Математичному моделюванню передують побудова фізичної моделі, що включає в себе ініціалізацію властивостей конструкційних елементів, початкових та граничних умов (ГУ). Фізична модель може бути наділена лише необхідними властивостями реальної конструкції для розв'язання конкретної задачі [57].

Для розроблення дослідної установки за основу взято загальну конструкційну компоновку установки В. І. Дешка [57], що ґрунтується на методі коаксіальних циліндрів. Особливістю установки В. І. Дешка є габарити вимірювальної комірки, яка розрахована на визначення коефіцієнта теплопровідності розплавів солей і вимагає її збільшення для дослідження сипучих 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 у відповідності з умовами експлуатації та на основі відомого з літератури [55] співвідношення висоти та діаметру вимірювальної комірки $h/d > 4$. У центральній та на зовнішній трубі встановлені 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 розміщена додаткова труба з нагрівником (зовнішній фоновий нагрівник) та теплоізоляцією, в осьовому напрямку – торцева теплоізоляція. На етапі розроблення дослідної установки велика увага приділена температурному полю у вимірювальній комірці, що повинне 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 [60, 62]

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

де $\nabla = \left(\frac{\partial}{\partial x}, \frac{\partial}{\partial y}, \frac{\partial}{\partial z} \right)$ – оператор Гамільтона, м^{-1} ; χ – електропровідність, $(\text{Ом}\cdot\text{м})^{-1}$; 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/м³; c_p – масова ізобарна теплоємність, Дж/(кг·К); ρ – густина, кг/м³; T_0 – температура відліку, К; τ – час, с; λ – коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К); $i = \overline{1, M}$ – індекс елемента конструкції; M – кількість елементів конструкції.

Початкові умови:

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

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

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

де $\mathbf{n}$ – зовнішня нормаль до граничної поверхні тіла; j_n – нормальна густина струму, А/м²;

– 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

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

ГУ (див. рис. 2.3) для нестационарного рівняння теплопровідності:

– на зовнішніх границях контакту з довкіллям

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

де α_{ef} – коефіцієнт ефективної тепловіддачі, Вт/(м²·К); t_d – температура довкілля, $^{\circ}\text{C}$;

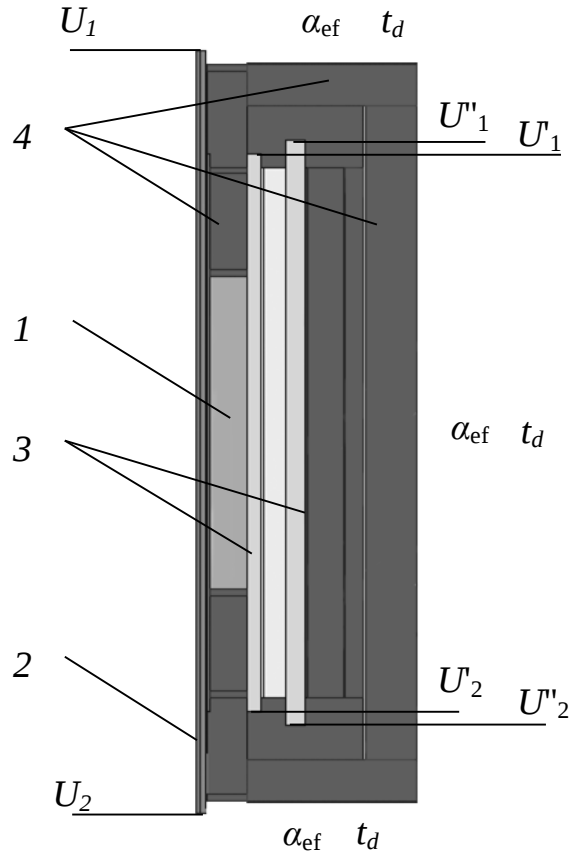


Рис. 2.3. Граничні умови на вісесиметричній моделі установки: 1 – досліджуваний матеріал; 2 – центральний нагрівник; 3 – фонові нагрівники; 4 – теплоізоляція

– 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 математичною моделлю у вісесиметричній постановці [61] (див. рис. 2.3), фізичні властивості для якої наведені у додатку А.

Під час розв'язання зв'язаної нелінійної теплоелектричної задачі з врахуванням термоелектричних ефектів [63] система дискретних рівнянь методу скінченних елементів (МСЕ) [64, 65] приймає вигляд [66]:

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

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 скінченного

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 ортотропного матеріалу, Вт/(м·К);

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

скінченного елемента;

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

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

ортотропного матеріалу, (Ом·м)⁻¹;

$$[\zeta(\hat{T})] = \begin{bmatrix} \zeta_{xx}(\hat{T}) & 0 & 0 \\ 0 & \zeta_{yy}(\hat{T}) & 0 \\ 0 & 0 & \zeta_{zz}(\hat{T}) \end{bmatrix} \quad \text{– матриця коефіцієнтів Зеебека [63]}$$

ортотропного матеріалу, В/К;

$$\{f^P\} = \int_V [B]^T [\hat{T} \zeta(\hat{T})] \{j\} dV \quad \text{– вектор теплового навантаження скінченного}$$

елемента, пов'язаний із ефектом Пельтьє [63]; $\{j\}$ – вектор густини електричного струму, А/м²;

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

вектор вільних членів скінченного елемента, що витікає із рівняння теплопровідності і пов'язаний з джерелом теплоти та ГУ 2, 3-го родів, у якому $[\chi(\hat{T})] \{\nabla U\} \{\nabla U\} = q_V^{(e)}$ – густина внутрішнього джерела теплоти у скінченному елементі, спричинена протіканням електричного струму (закон Джоуля-

Ленца [63]), 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 [62]. За відсутності термоелектричних ефектів $[k_{UP}^{(e)}(\hat{T})] = [0]$, $\{f^P\} = \{0\}$ система (2.9) спрощується до виду [60, 62]

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

З використанням програмного коду, розробленого в науково-дослідному центрі «Ресурсозберігаючі технології», побудовано вісесиметричну теплоелектричну модель розроблюваної установки та проведено розрахунки фізичних полів, що дало змогу визначити умови, за яких досягається одномірність температурного поля у вимірювальній комірці установки. Основними чинниками, що визначають температурне поле у дослідній установці є такі: коефіцієнт теплопровідності досліджуваного матеріалу, висота засипки, коефіцієнт теплопровідності та товщина теплоізоляції.

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

Під час вибору теплоізоляційного матеріалу враховувалася його вогнетривкість (можливість застосування до 1000 °С) та низька теплопровідність. Найбільш поширеними і доступними теплоізоляційними матеріалами є плити з силікату кальцію та мулітокремнеземиста плита і вата (див. додаток А). Слід зазначити, що плита із силікату кальцію та мулітокремнеземиста плита мають коефіцієнт теплопровідності одного порядку, легкі в обробці та відрізняються лише хімічним складом. Незважаючи на нижчий коефіцієнт теплопровідності порівняно з мулітокремнеземистою плитою, силікат кальцію можна застосовувати лише до 1000 °С, тому він був використаний лише для теплоізоляції торців корпусу установки.

Основним теплоізоляційним матеріалом у зоні високої температури є мулітокремнеземиста плита та вата. Коефіцієнт теплопровідності торцевої теплоізоляції вимірювальної комірки приймається у відповідності з конкретними температурними залежностями коефіцієнтів теплопровідності мулітокремнеземистої пробки та прошарками з МКР вати. Таким чином, основною задачею забезпечення ізотермічної ділянки вимірювання є пошук оптимальної

висоти засипки, для чого скористаємося трьохрівневим повнофакторним плануванням експерименту з двома факторами [67]. Для встановлення функції оптимуму необхідно провести 9 дослідів на математичній моделі з різними комбінаціями рівнів факторів (висоти засипки та коефіцієнта теплопровідності досліджуваного матеріалу). У табл. 2.1 приведені умови числового експерименту, що містять інформацію про рівні та інтервали варіювання факторів.

Таблиця 2.1. Умови планування експерименту

Рівень фактору	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

В результаті проведення планування та числового розрахунку на моделі розробленої установки отримано залежність середнього інтегрального перепаду температури між центром та периферією вимірювальної ділянки (рис. 2.4).

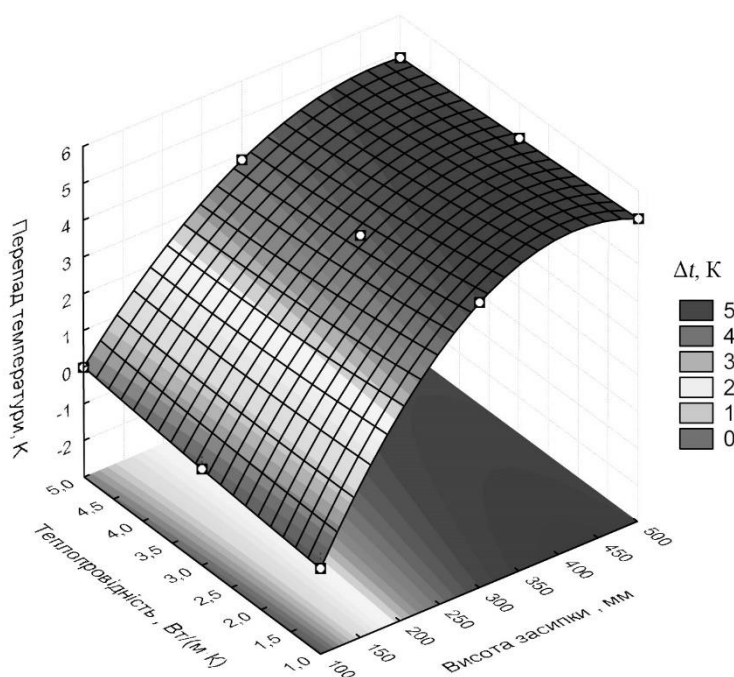


Рис. 2.4. Графік залежності перепаду температури по висоті вимірювальної ділянки від коефіцієнта теплопровідності та висоти засипки досліджуваного матеріалу

Як видно з графіка (див. рис. 2.4) перепад температури на ділянці висотою 100 мм майже не залежить від коефіцієнта теплопровідності матеріалу в розглянутому діапазоні 1–5 Вт/(м·К), а визначається в основному висотою засипки матеріалу. Розглядалася максимальна висота засипки 500 мм (на

торцях по 20 мм теплоізоляції), мінімальна – 100 мм (на торцях по 220 мм теплоізоляції). За збільшення висоти засипки матеріалу до 500 мм перепад температури на вимірювальній ділянці збільшується до значення 5,5 К. Таким чином, для висоти засипки матеріалу 230 мм посередині вимірювальної комірки висотою 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 досягнути за рахунок її обмеження теплоізоляційними прошарками з МКР вати товщиною 5 мм (рис. 2.5).

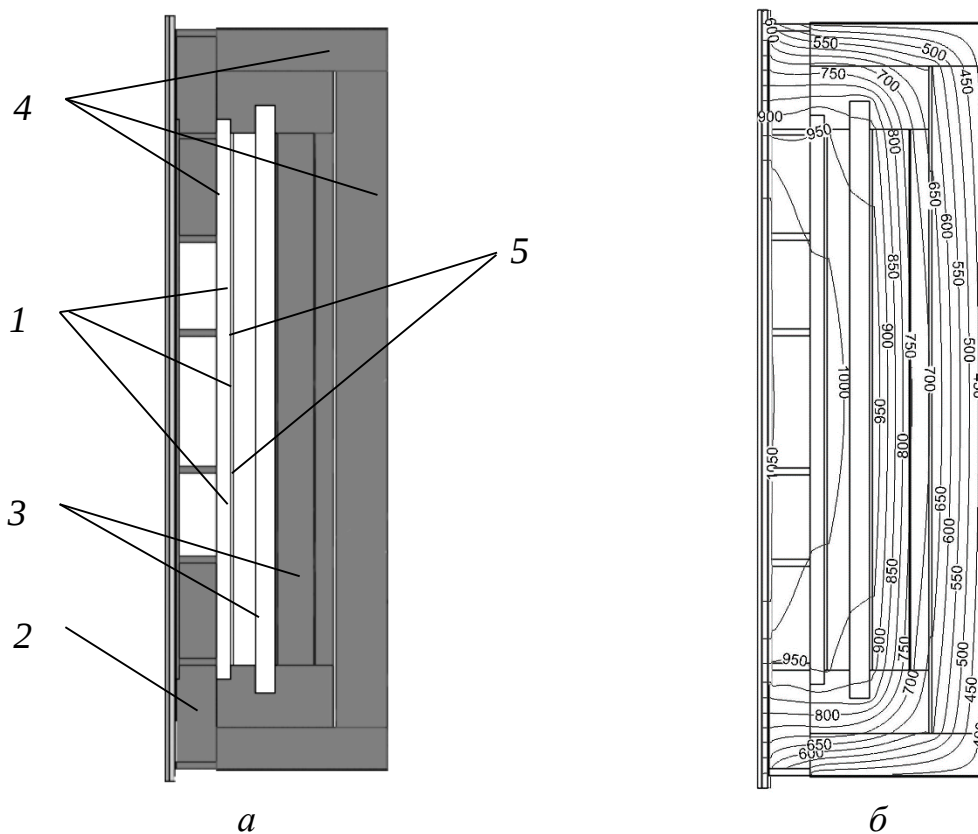


Рис. 2.5. Геометрична модель з теплоізоляційними прошарками (а) та результати розрахунків температурного поля (К) у вимірювальній комірці (б):
1 – досліджуваний матеріал; 2 – центральний нагрівник; 3 – фонові нагрівники;
4 – теплоізоляція; 5 – теплоізоляційні прошарки

Результати моделювання показали зменшення різниці температури між центром та периферією вимірювальної ділянки майже на 1,5 К. Найнижча температура на поверхні установки знаходиться в межах 96–97 °С, що згідно з вимогами охорони праці в подальшому вимагає застосування захисного кожуха.

2.4. Конструкція установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності

Розрахунок температурних полів в установці за допомогою числової моделі показав її працездатність для досліджуваного діапазону значень коефіцієнта теплопровідності матеріалу в умовах високотемпературних вимірювань.

Розроблена дослідна установка складається із власне циліндричної печі та підставки. З метою полегшення сервісного обслуговування установки піч змонтована на горизонтальній осі з можливістю її повороту на 90° . Металоконструкції установки виготовлені з конструкційної сталі (підставка), нержавіючої сталі (піч), і жароміцної сталі (тепловий екран у печі). Корпус печі виконаний із двох кожухів [125] (рис. 2.6): зовнішнього, що представлений обичайкою 1 та кришкою 2 і внутрішнього, що складається з обичайки 3, кришки 4 та денця 5. Зовнішній кожух виконує функцію теплового захисту обслуговуючого персоналу установки від впливу високої температури згідно з вимогами охорони праці. Внутрішній кожух забезпечує механічну міцність установки. Фотознімки корпусу установки із установленими нагрівниками та теплоізоляцією представлені на рис. 2.7 (а–д). Вся конструкція підвішується за допомогою кріпильних опор 6 на підставці.

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

В якості центрального нагрівника був використаний карбідкремнієвий нагрівник 9 КЭН СП 14/200/250, торці якого виступають за межі установки для подачі на них живлення. Електричний опір нагрівника 2 Ом, робоча температура становить $1450\text{--}1500^\circ\text{C}$. 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.

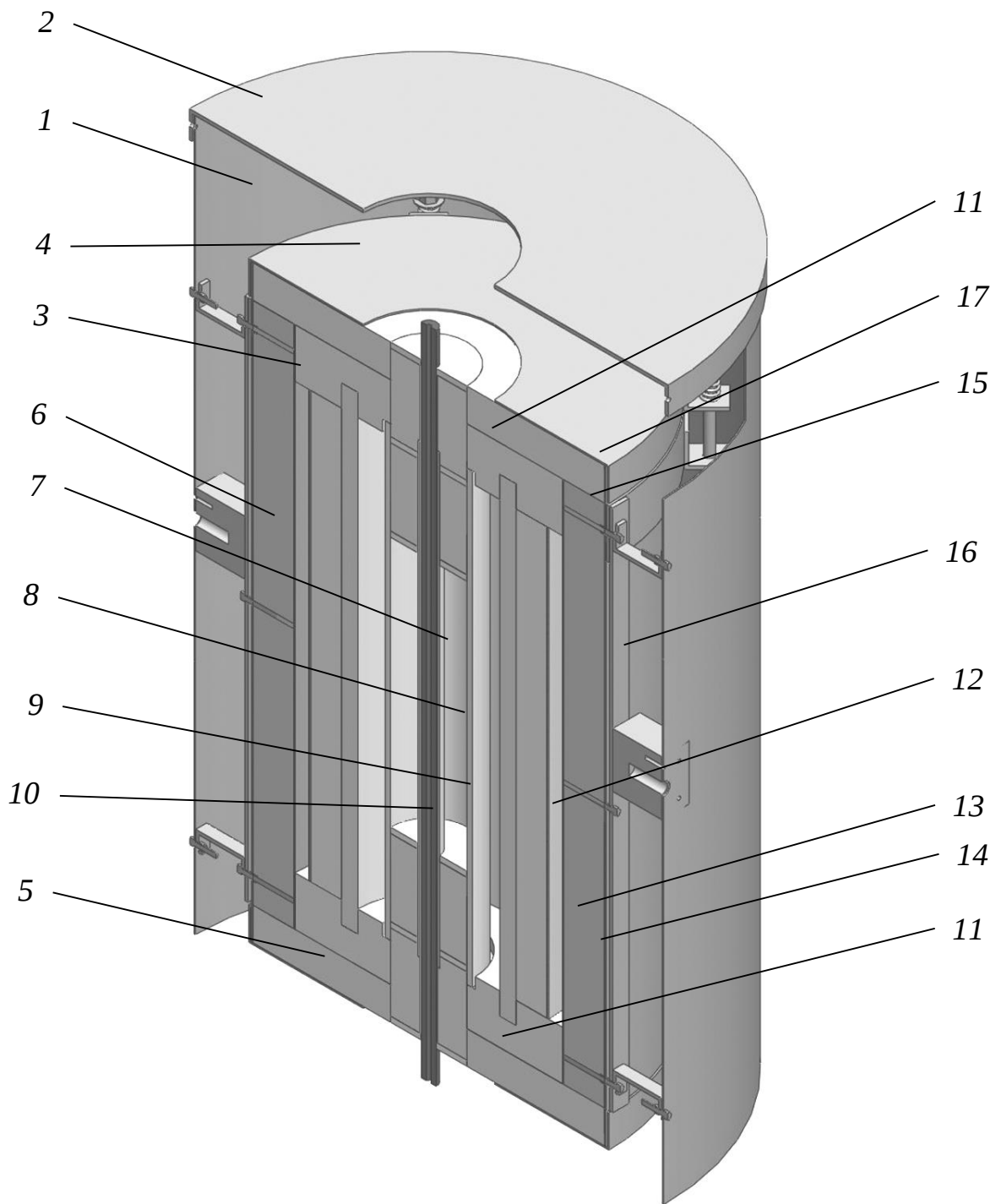


Рис. 2.6. Поздовжній розріз експериментальної установки для дослідження коефіцієнта теплопровідності: 1 – обичайка зовнішнього кожуха; 2 – кришка зовнішнього кожуха; 3 – обичайка внутрішнього кожуха; 4 – кришка внутрішнього кожуха; 5 – денце внутрішнього кожуха; 6 – кріпильна опора; 7 – вимірювальна 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

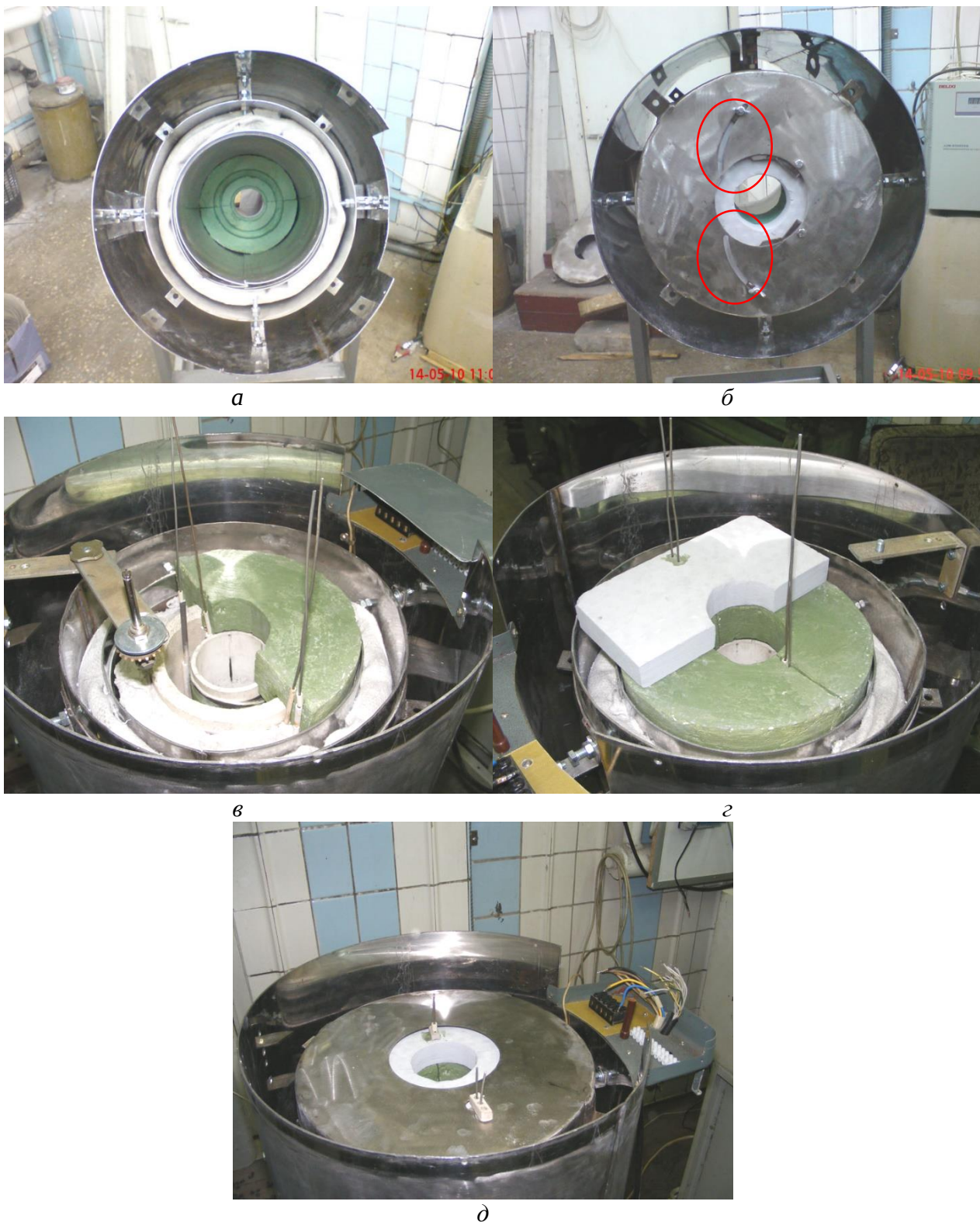


Рис. 2.7. Фотознімки експериментальної установки для дослідження коефіцієнта теплопровідності з установленими нагрівниками та теплоізоляцією: а – дно внутрішнього кожуха з підтримувальними пластинами; б – внутрішній та зовнішній кожух з теплоізоляційною ковдрою та тепловим екраном; в – фонові нагрівники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

Фонові нагрівники розміщені концентрично до вимірювальної комірки і представляють собою мулітокремнеземисті труби, на які здійснена навивка фехралевого дроту діаметром 2 мм. Внутрішній фоновий 10 нагрівник установлений на керамічній трубі 74/94 мм, що разом із чохлом центрального нагрівника утворюють міжтрубний простір для здійснення засипки досліджуваного матеріалу. Зовнішній фоновий нагрівник 12 з діаметрами труби 130/160 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 та теплового екрану 14 затискують зверху та знизу торцевими плитами 15 МКР вогнетриву із фасонними кільцевими заглибленнями. У простір між тепловим екраном та обичайкою внутрішнього кожуха установлена мулітокремнеземиста теплоізоляційна ковдра 16. В якості торцевої теплоізоляції використано силікат кальцію 17, що має низьке значення теплопровідності з робочим діапазоном температури до 1000 °С.

Фонові нагрівники та теплоізоляція зверху та знизу затиснені кришкою 4 та денцем 5, що кріпляться на обичайці 3 внутрішнього кожуха. Таким чином, експериментальна установка являє собою піч з наскрізним отвором, що проходить по осі установки та є зовнішньою поверхнею вимірювальної комірки 7 зі сторони внутрішнього фонового нагрівника 10. Для заповнення вимірювальної комірки 7 досліджуваним матеріалом центральний нагрівник 8 у чохлі 9 разом із нижніми теплоізоляційними пробками 11 встановлюється в наскрізний отвір і розміщується на підтримуючих пластинах (див. рис. 2.7, а), установлених на денці 5 обичайки 3 внутрішнього кожуха.

Вимірювання температури здійснюється за допомогою хромель-алюмелевих термопар, розміщених у двоканальних мулітокремнеземистих соломках із запаяними кінцями (рис. 2.8, а). Чохли термопар кріпляться до чохла центрального нагрівника за допомогою хомутів із 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 сипучого матеріалу

2.5. Методика проведення експерименту та обробки експериментальних даних

Установка для вимірювання коефіцієнта теплопровідності представлена у вигляді принципової схеми (рис. 2.10). Установку можна умовно розділити на три частини: вимірювальний блок, силовий блок, блок збору та обробки даних.

Вимірювальний блок представляє собою конструкцію з нагрівального вузла та теплоізоляції [69]. Нагрівальний вузол складається з фонового нагрівника 1, виготовленого зі спіралі високого електричного опору, і центрального карбідкремнієвого нагрівника 2, розміщених концентрично та утворюючих кільцевий зазор, у якому розташовують зразок досліджуваного матеріалу 3.

При цьому зразок має співвідношення висоти до зовнішнього діаметра не менше як 3:1. На торцях дослідного зразка встановлені 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 зовнішньої сторони фонового нагрівника 1 – для зменшення теплових втрат у радіальному напрямку.

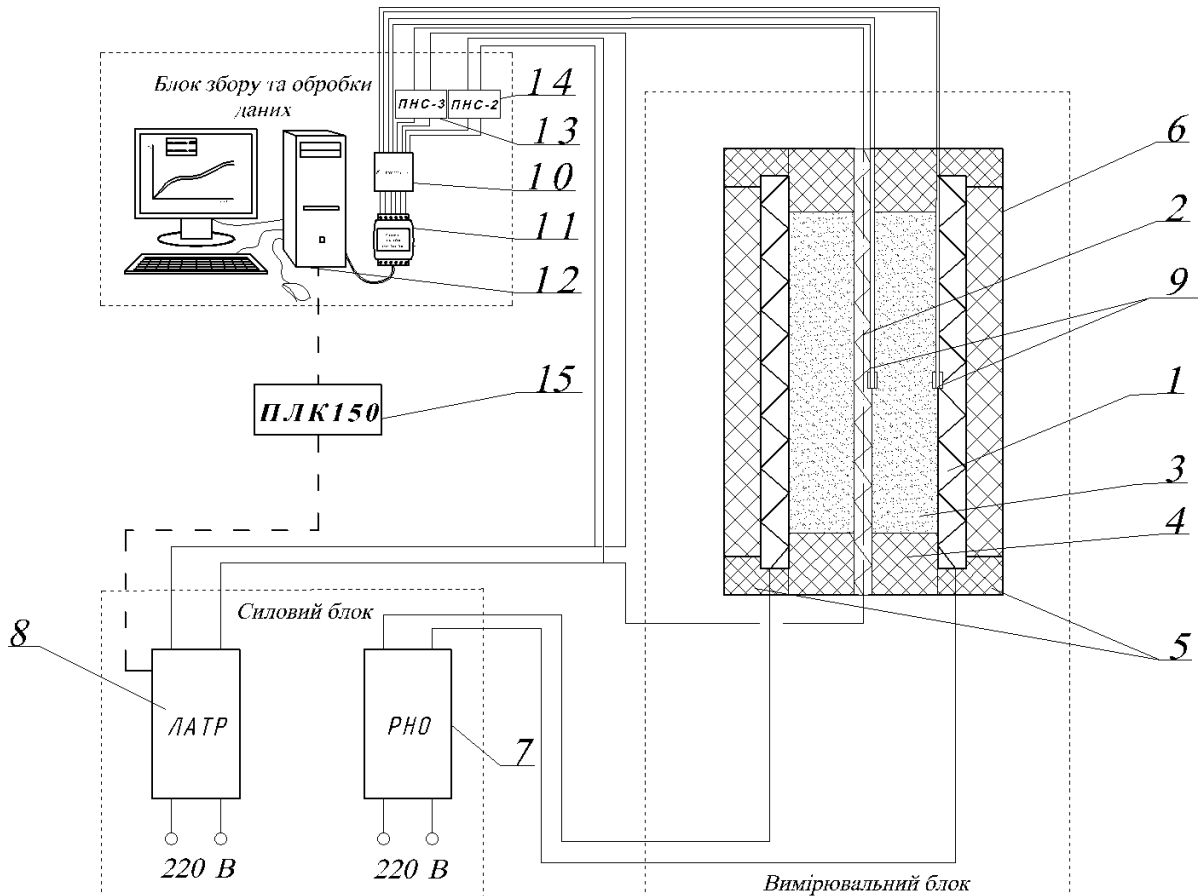


Рис. 2.10. Блок-схема установки для визначення коефіцієнта теплопровідності:
 1 – фоновий нагрівник; 2 – центральний нагрівник; 3 – досліджуваний матеріал;
 4 – мулітокремнеземисті пробки; 5 – мулітокремнеземисті фасонні плити; 6 – вогнетривка
 вата; 7 – регулятор напруги для фонового нагрівника; 8 –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

Досягнення необхідного температурного режиму здійснюється за допомогою фонового 1 та 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 від 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 [70]. Вимірювання струму та напруги здійснюється за допомогою перетворювачів 13 та 14. Підтримування сталої потужності на центральному нагрівнику 2 забезпечується регулятором 8 за допомогою програмованого контролера 15.

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

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

IndexTem виводить на екран дисплею графіки значень температури (показів термодатчиків) в режимі реального часу, а також графіки змін напруги і струму на центральному нагрівнику. Оскільки досягнення стаціонарного теплового режиму в дослідному зразку вимагає 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. За умови настання квазістаціонарного режиму необхідного температурного рівня, створеного фоновими нагрівниками, програма здійснює запис різниці температури між термодатчиками на внутрішній та зовнішній сторонах дослідного зразка, після чого вмикається центральний нагрівник. Аналогічно, у разі змінення 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

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

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 через центральний нагрівник, А; k_l – коефіцієнт

Вважаючи параметри, що виміряно до включення установки, сталими для даного досліджу, можна їх об'єднати в комплекс виду

Розрахункова формула для визначення коефіцієнта теплопровідності набуває вигляду

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

2.6. Автоматизація експериментальних досліджень

[illegible]

47

Вимірювальний контур слугує для визначення та автоматичної реєстрації температури в контрольних точках установки і потужності центрального нагрівника протягом усього експерименту [71]. База даних вимірювань формується на терміналі ПК за допомогою спеціалізованого програмного забезпечення IndexTem.

Перетворення аналогового сигналу термопар на цифровий здійснюється за допомогою модуля вводу аналогових сигналів І-7018 (поз. 1–6). 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 (у разі використання шунтуючих резисторів 125 Ом, 0,1 %). Гальванічне розділення по інтерфейсу і живленню становить 3 кВ. Живлення від постійного струму напругою 10–30 В. Споживана потужність до 1 Вт.

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 трьохрівневу 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 ЕСОPlus DPE06 (поз. 2, 3) з номінальним струмом 10 А, 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 оснащений 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 застосована програма 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. Розроблення системи автоматизації та програмного управління центральним нагрівником була виконана спільно з співробітником кафедри автоматизації хімічних виробництв к.т.н., доц. Коржиком М.В. Реєстрація температури вимірювальної комірки, напруги та струму центрального нагрівника, обчислення коефіцієнта теплопровідності здійснюється програмним продуктом IndexTem. За допомогою IndexTem розраховується коефіцієнт ефективної теплопровідності досліджуваного матеріалу за умови настання квазістаціонарного теплового режиму за формулою (2.16), при цьому результати вимірювань накопичуються у базі даних (рис. 2.13). Стенд із системою автоматики та блоком реєстрації та оброблення даних зображений на фотознімку (рис. 2.14).

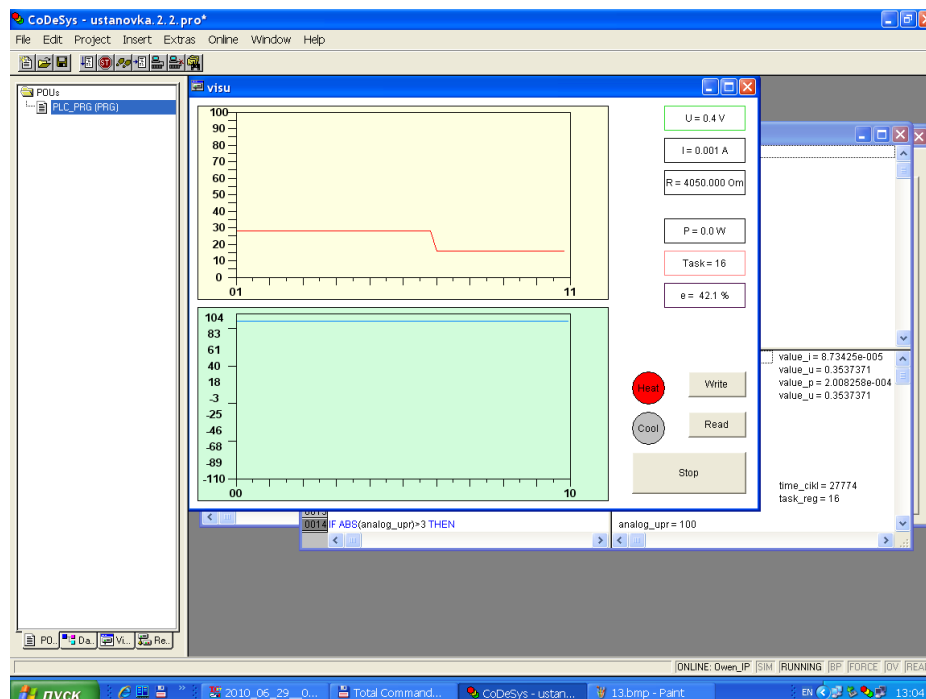


Рис. 2.12. Вікно програми Codesys для управління потужністю центрального нагрівника

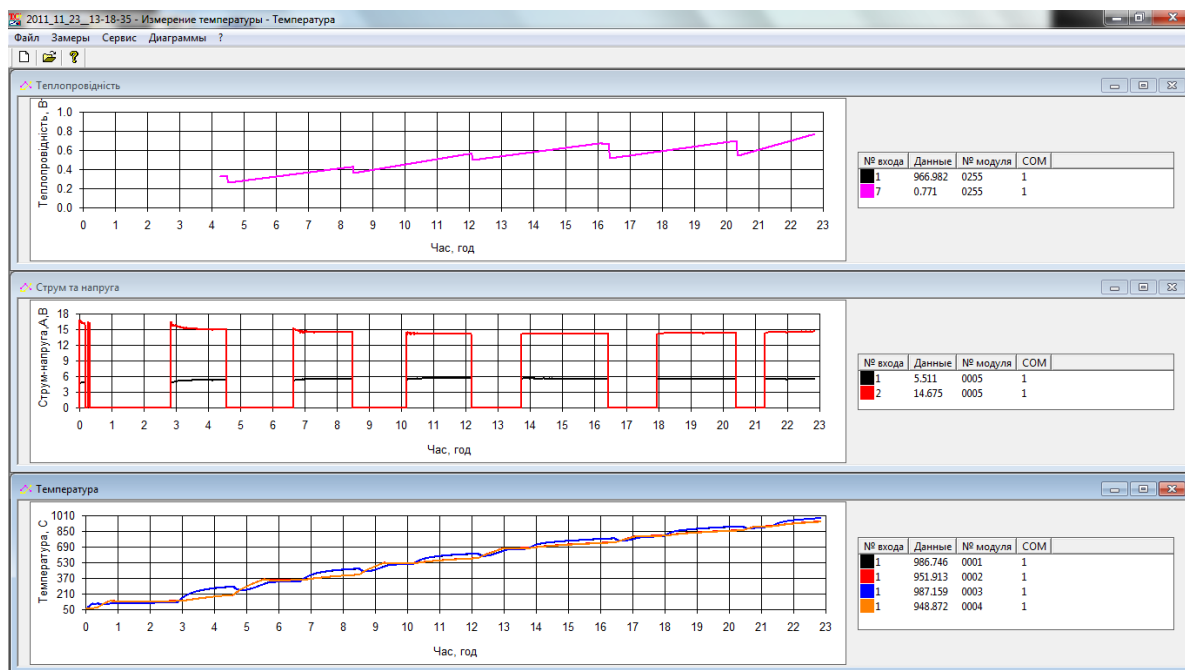


Рис. 2.13. Вікно програми IndexTem



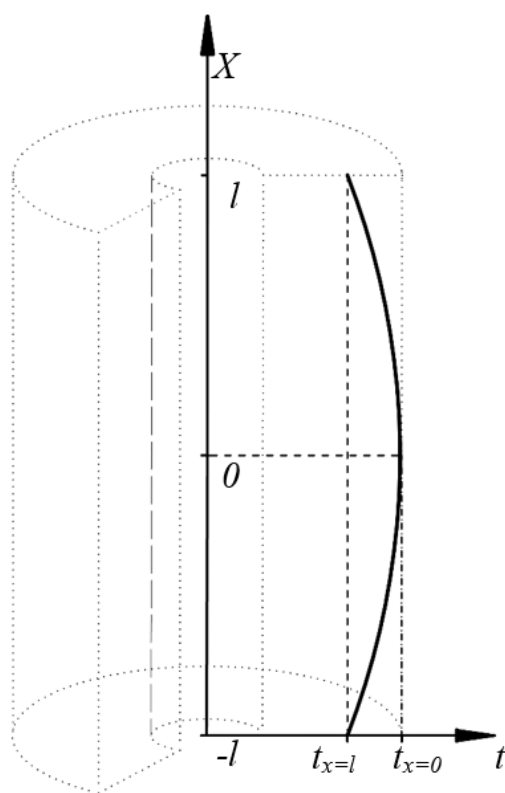
Рис. 2.14. Фотознімок стенду із системою автоматики експериментальної установки

2.7. Оцінка систематичної похибки визначення коефіцієнта теплопровідності

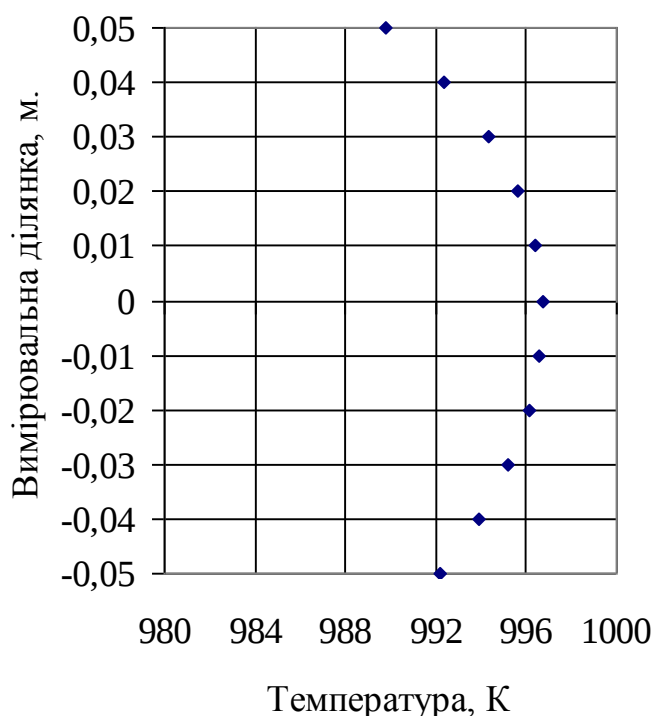
Систематична похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності включає дві складові: методичну та приладову. Методичні питання визначення похибки вимірювання викладені у роботах [72–78].

2.7.1. Систематична методична похибка

Для розроблюваної установки, що реалізує метод циліндричного шару, основними складовими методичної похибки є припущення одномірності температурного поля по висоті досліджуваного матеріалу на вимірювальній ділянці та коаксіальність нагрівників. Зменшення перепаду температури по висоті досягається утепленням торців. Неодномірність температури по висоті вимірювальної ділянки (рис. 2.15, а) схематично представлено параболічним характером зміни температури від максимального значення посередині досліджуваного матеріалу $t_{x=0}$ до мінімального на торцях вимірювальної ділянки $t_{x=l}$. Для вимірювальної ділянки висотою 100 мм цей перепад зростає з підвищенням рівня температури і не перевищує $\Delta t = 6,5$ °С (встановлено в результаті натурних експериментів) за температури біля 1000 К (рис. 2.15, б) і потужності центрального нагрівника $N = 16$ Вт.



а



б

Рис. 2.15. Складові методичної похибки на моделі вимірювальної ділянки

Методична похибка, що зв'язана з неоднорідністю температурного поля вздовж осі вимірювальної ділянки, визначається осьовою складовою q_{l1} лінійної густини теплового потоку q_l .

Для визначення осьової складової лінійної густини теплового потоку використовується рівняння теплового балансу:

$$Lq_{l1} = \frac{\lambda}{L/2} \Delta t F; \quad (2.18)$$

$$q_{l1} = \frac{\pi \lambda \Delta t (d_3^2 - d_{\text{вн}}^2)}{2L^2},$$

де λ – коефіцієнт теплопровідності досліджуваного матеріалу, Вт/(м·К); Δt – перепад температури, °С; d_3 , $d_{\text{вн}}$ – зовнішній та внутрішній діаметри вимірювального зразка, м; L – висота вимірювальної ділянки, м; F – площа міжтрубного простору в осьовому напрямку, м².

Підставляючи у формулу (2.18) відомі з пробних дослідів значення: $\Delta t = 6,5$ °С; $\lambda = 1,5$ Вт/(м·К); $d_3 = 0,07$ м; $d_{\text{вн}} = 0,02$ м; $L = 0,1$ м, – отримуємо

$$q_{l1} = (1,5 \cdot \pi \cdot 6,5 \cdot (0,07^2 - 0,02^2)) / (2 \cdot 0,1^2) = 6,89 \text{ Вт/м.}$$

Маючи значення теплової потужності на вимірювальній ділянці $N = 16$ Вт, можна обчислити повну лінійну густину теплового потоку

$$q_l = \frac{UI}{L}; \quad (2.19)$$

$$q_l = 16/0,1 = 160 \text{ Вт/м.}$$

У процесі вимірювання одержувані значення коефіцієнта теплопровідності матеріалу завищені на $\Delta\lambda$. Оскільки $\Delta\lambda/\lambda = q_{l1}/q_l$, тоді коефіцієнт теплопровідності завищений на

$$\Delta\lambda = (\lambda q_{l1}) / q_l; \quad (2.20)$$

$$\Delta\lambda = (1,5 \cdot 6,89) / 160 \cdot 100 = 6,46 \text{ \%}.$$

Враховуючи, що $t = f(x)$, тому $\Delta t' = \Delta t / 2$, $\Delta\lambda' = \Delta\lambda / 2 = 6,46 / 2 = 3,23 \text{ \%}$.

Невраховані залишки відносної складової цієї похибки з довірчою ймовірністю $W = 0,68$ можна вважати рівними $\delta_1^{\text{метод}}(\lambda) = 3,23 \text{ \%}$.

Друга складова методичної похибки – неконцентричність нагрівників (рис. 2.16). Абсолютна похибка некоаксіальності нагрівників за довірчої ймовірності $W=0,997$ становить $\sigma(r_1 - r_2)_{\max} = 1$ мм, за довірчої ймовірності $W = 0,68$ похибка $\sigma(r_1 - r_2) = 0,33$ мм.

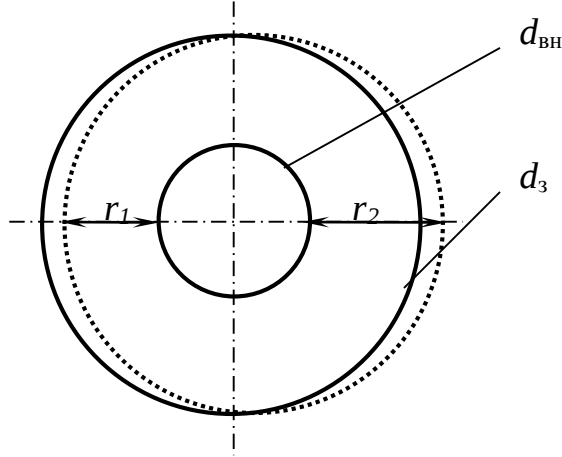


Рис. 2.16. Некоаксіальність нагрівників

Використовуючи формулу $\lambda = \frac{UI}{2\pi L \Delta t} \ln(d_3/d_{BH})$, можна обчислити відносну похибку:

$$\lambda' = \frac{UI}{2\pi L \Delta t} \ln((d_3 + 2 \cdot 0,33)/d_{BH});$$

$$\lambda'' = \frac{UI}{2\pi L \Delta t} \ln((d_3 - 2 \cdot 0,33)/d_{BH});$$

$$\delta(\lambda') = \frac{\lambda' - \lambda}{\lambda} 100 \Rightarrow \frac{\ln((d_3 + 2 \cdot 0,33)/d_{BH}) - \ln(d_3/d_{BH})}{\ln(d_3/d_{BH})} 100;$$

$$\delta(\lambda'') = \frac{\lambda'' - \lambda}{\lambda} 100 \Rightarrow \frac{\ln((d_3 - 2 \cdot 0,33)/d_{BH}) - \ln(d_3/d_{BH})}{\ln(d_3/d_{BH})} 100.$$

Тому

$$\delta(\lambda') = \left| \frac{\ln((d_3 + 2 \cdot 0,33)/d_3)}{\ln(d_3/d_{BH})} \right| 100; \quad (2.21)$$

$$\delta(\lambda'') = \left| \frac{\ln((d_3 - 2 \cdot 0,33)/d_3)}{\ln(d_3/d_{\text{BH}})} \right| 100; \quad (2.22)$$

$$\delta(\lambda') = \left| \frac{\ln((70 + 2 \cdot 0,33)/70)}{\ln(70/20)} \right| 100 = 0,75 \%;$$

$$\delta(\lambda'') = \left| \frac{\ln((70 - 2 \cdot 0,33)/70)}{\ln(70/20)} \right| 100 = 0,76 \%.$$

Сумарна відносна похибка, що викликана некоаксіальністю нагрівників, обчислюється за формулою:

$$\delta_2^{\text{метод}}(\lambda) = \sqrt{[\delta(\lambda')]^2 + [\delta(\lambda'')]^2}; \quad (2.23)$$

$$\delta_2^{\text{метод}}(\lambda) = \sqrt{0,75^2 + 0,76^2} = 1,14\%.$$

Таким чином, сумарні залишки систематичної методичної похибки рівні:

$$\delta^{\text{метод}}(\lambda) = \sqrt{[\delta_1^{\text{метод}}(\lambda)]^2 + [\delta_2^{\text{метод}}(\lambda)]^2}; \quad (2.24)$$

$$\delta^{\text{метод}}(\lambda) = \sqrt{3,23^2 + 1,14^2} = 3,43 \%.$$

2.7.2. Систематична приладова похибка

Основними джерелами залишків систематичної приладової (інструментальної) похибки є похибка вимірювальних приладів і похибка перетворювачів температури (термопар).

Вимірювальні прилади мають відносні приладові похибки (приведені до довірчої ймовірності $W = 0,68$):

- вимірювання напруги (е.р.с.) – $\delta_{\text{пр}}(U) = 0,4/3 = 0,133 \%$;
- вимірювання електричного струму нагрівника – $\delta_{\text{пр}}(I) = 0,25/3 = 0,083 \%$;
- вимірювання розмірів $\sigma(L) = 0,1 \text{ мм} \Rightarrow \delta(L) = (0,1/100)100 = 0,1 \%$;
- співвідношення діаметрів дослідного зразка:

$$\sigma(d_3, d_{\text{BH}}) = 0,1 \text{ мм};$$

$$\delta(d_3) = (0,1/70)100 = 0,14 \%;$$

$$\delta(d_{\text{BH}}) = (0,1/20)100 = 0,5 \%,$$

тоді

$$\delta_{\text{пр}}(d_3/d_{\text{BH}}) = \sqrt{\delta^2(d_{\text{BH}}) + \delta^2(d_3)}; \quad (2.25)$$

$$\delta_{\text{пр}}(d_3/d_{\text{BH}}) = \sqrt{0,5^2 + 0,14^2} = 0,52 \%;$$

– похибка хромель-алюмелевих термопар містить складові похибок первинних перетворювачів та модулів перетворення сигналу

$$\sigma_{\text{пр}}(\Delta t) = \sqrt{\sigma_{\text{д}}^2(\Delta t) + \sigma_{\text{м}}^2(\Delta t)}. \quad (2.26)$$

Гранично допустимі похибки використання хромель-алюмелевих термопар (за довірчої ймовірності $W = 0,997$) становлять [79]

$$3\sigma(\text{e.p.c.}) = 0,16 + 2 \cdot 10^{-4}(t - 300), \quad (2.27)$$

що відповідає похибці визначення температури

$$3\sigma(t) = 4 + 5 \cdot 10^{-3}(t - 300). \quad (2.28)$$

Тоді при $\Delta t = t_1 - t_2 = 50 \text{ }^\circ\text{C}$

$$3\sigma(\Delta t) = 4 + 5 \cdot 10^{-3}(t_1 - t_2), \quad (2.29)$$

$$3\sigma(\Delta t) = 4 + 5 \cdot 10^{-3} \cdot 50 = 4,25 \text{ }^\circ\text{C} \text{ за довірчої ймовірності } W = 0,997,$$

$$\sigma_{\text{д}}(\Delta t_1) \approx \sigma_{\text{д}}(\Delta t_2) = 4,25/3 = 1,42 \text{ }^\circ\text{C} \text{ за довірчої ймовірності } W = 0,68.$$

Тоді абсолютна похибка первинних перетворювачів становить:

$$\sigma_{\text{д}}(\Delta t_1) = \sqrt{\sigma_{\text{д}}^2(\Delta t_1) + \sigma_{\text{д}}^2(\Delta t_2)}; \quad (2.30)$$

$$\sigma_{\text{д}}(\Delta t_1) = \sqrt{1,42^2 + 1,42^2} = 2 \text{ K}.$$

Використовуючи паспортні дані модуля перетворення аналогового сигналу, можна визначити його абсолютну похибку:

$$\sigma_{\text{м}}(\Delta t_1) = \sqrt{\sigma_{\text{м}}^2(\Delta t_1) + \sigma_{\text{м}}^2(\Delta t_2)}; \quad (2.31)$$

$$\sigma_{\text{м}}(\Delta t_1) \approx \sigma_{\text{м}}(\Delta t_2) = (\delta_{\text{м}}/100)\Delta t; \quad (2.32)$$

$$\sigma_{\text{м}}(\Delta t_1) \approx \sigma_{\text{м}}(\Delta t_2) = (0,5/100)50 = 0,25 \text{ K};$$

$$\sigma_{\text{м}}(\Delta t) = \sqrt{0,25^2 + 0,25^2} = 0,35 \text{ K}.$$

Сумарна абсолютну та відносна похибки становлять:

$$\sigma_{\text{пр}}(\Delta t) = \sqrt{2^2 + 0,35^2} = 2,03 \text{ K};$$

$$\delta_{\text{пр}}(\Delta t) = (\sigma_{\text{пр}}(\Delta t)/\Delta t)100; \quad (2.33)$$

$$\delta_{\text{пр}}(\Delta t) = (2,03/50)100 = 4,06 \text{ \%}.$$

Тоді залишки сумарної приладової відносної похибки дорівнюють:

$$\delta_{\text{пр}}(\lambda) = \frac{\sigma(\lambda)}{\lambda} = \frac{\sqrt{\sum_i \left[\frac{\partial(\lambda)}{\partial(x_i)} \sigma(x_i) \right]^2}}{\frac{UI}{2\pi L \Delta t} \ln(d_3/d_{\text{вн}})}; \quad (2.34)$$

$$\delta_{\text{пр}}(\lambda) = \sqrt{\delta_{\text{пр}}^2(U) + \delta_{\text{пр}}^2(I) + \delta_{\text{пр}}^2(L) + \left[\frac{\delta_{\text{пр}}(d_3/d_{\text{вн}})}{\ln(d_3/d_{\text{вн}})} \right]^2 + \delta_{\text{пр}}^2(\Delta t)};$$

$$\delta_{\text{пр}}(\lambda) = \sqrt{0,133^2 + 0,083^2 + 0,1^2 + \left[\frac{1}{\ln 3,5} 0,52 \right]^2 + 4,06^2} = 4,08 \text{ \%}$$

за довірчої ймовірності $W = 0,68$.

Залишки повної систематичної похибки визначення коефіцієнта теплопровідності дорівнюють

$$\delta(\lambda) = \sqrt{[\delta_{\text{метод}}(\lambda)]^2 + [\delta_{\text{пр}}(\lambda)]^2}; \quad (2.35)$$

$$\delta(\lambda) = \sqrt{3,43 + 4,08} = 5,33 \text{ \% за довірчої ймовірності } W = 0,68;$$

$$\delta(\lambda) = 15,99 \text{ \% за довірчій ймовірності } W = 0,997.$$

2.8. Налагоджувальні досліді установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності

Аналіз стандартних матеріалів з відтворюваними та стабільними значеннями коефіцієнта теплопровідності проводився за відкритими публікаціями України, Росії, джерелами інформаційної мережі Internet. Крім того, були проведені консультації з фахівцями ВНДІМ (Російська Федерація), С.-Петербурзького технологічного інституту (Російська Федерація), Українського інституту вогнетривів (м. Харків). Результат пошуку показав, що в метрологічних службах України та Російської Федерації 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 відтворюваними фізичними властивостями володіють матеріали, до технології виробництва яких висувають підвищені вимоги. До таких матеріалів відносять плавлений кварц, окис магнію, фториди кальцію, барію і магнію. Використання кварцового зразка в якості еталону можливе лише у діапазоні температури до 300 °С, коли радіаційною складовою під час вимірювання коефіцієнта теплопровідності можна знехтувати.

Налагодження установки також можна провести за допомогою зіставлення результатів дослідження коефіцієнта теплопровідності зразка на розробленій установці та стандартизований, що виконана згідно з нормативними інструкціями. Для реалізації даного підходу слід вибрати матеріали, які в досліджуваному діапазоні температури характеризуються достатньою відтворюваністю властивостей, а коефіцієнт теплопровідності знаходиться в необхідному діапазоні значень. Такі матеріали отримують в контрольованих високотехнологічних процесах. З таких матеріалів виготовляють два зразки: для вимірювання на створеній і стандартизований 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 [53], що дає змогу провести вимірювання коефіцієнта теплопровідності шамотної цегли до 950 °С та зіставити з отриманими результатами на установці, що розроблена в НТУУ «КПІ».

Налагодження дослідної установки проводилося за умови попереднього визначення випадкової складової похибки (за розкидом точок) і систематичної (за зсувом отриманих точок щодо табличних значень коефіцієнта теплопровідності

стандартного зразка).

Розрахунок складових похибок для кожної точки проводився за формулами:

– систематична відносна похибка вимірювань (зміщена) з урахуванням знаків визначається за формулою

$$\delta_{\Sigma}^{\text{сист}}(\lambda) = \frac{\Delta\lambda}{\lambda_{\text{ст}}} 100 = \frac{\sum_{i=1}^n (\lambda_{\text{ст}} - \lambda_i)}{n\lambda_{\text{ст}}} 100; \quad (2.36)$$

– випадкова сумарна похибка вимірювань визначається як середньоквадратичне відхилення

$$\delta_{\Sigma}^{\text{вип}}(\lambda) = \frac{1}{\bar{\lambda}} \sqrt{\frac{\sum (\bar{\lambda} - \lambda_i)^2}{n(n-1)}} 100, \quad (2.37)$$

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

$$\delta(\lambda) = \sqrt{[\delta_{\Sigma}^{\text{вип}}(\lambda)]^2 + [\delta_{\Sigma}^{\text{сист}}(\lambda)]^2}. \quad (2.38)$$

За узгодженням з метрологічними службами налагодження і перевірка установки проводилася у три етапи з виконанням зіставлення:

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

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

3) результатів вимірювань коефіцієнта теплопровідності вуглецевої теплоізоляційної шихти на установці фірми NETZSCH (Німеччина) та розробленій в НТУУ «КПІ».

Атестація установки проводилася держаним підприємством «Укрметртестстандарт» у діапазоні температури 400–1300 К для сипучих матеріалів з коефіцієнтом теплопровідності від 0,3 Вт/(м·К) до 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 (додаток Б, табл. Б.1) було створено зразок необхідної циліндричної форми з розмірами, що відповідають по висоті вимірювальній ділянці (табл. 2.2, рис. 2.17).

Таблиця 2.2. Геометричні розміри кварцового оптичного скла

	Номери дослідів					Середнє
	1	2	3	4	5	
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

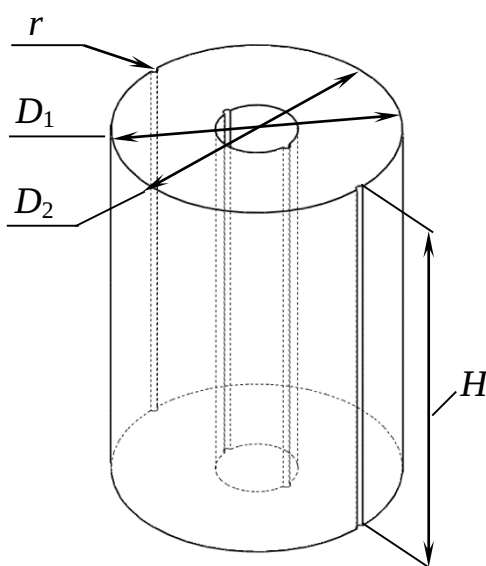


Рис. 2.17. Ескіз зразка оптичного кварцового скла марки КИ

Підготовка до проведення налагоджувальних дослідів на плавленому кварці розпочинається з обгортання чохла центрального нагрівника, а саме вимірювальної ділянки, алюмінієвою фольгою з метою усунення радіаційної складової в коефіцієнті теплопровідності. Кварцовий зразок разом із встановленими термопарами також обгортається алюмінієвою фольгою (рис. 2.18).

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

Результати вимірювань для трьох температурних рівнів: 123 °С, 217 °С, 315 °С, – представлені у табл. 2.3 та на графіках (рис. 2.19).



а
б
Рис. 2.18. Складання стандартного кварцового зразка

Таблиця 2.3. Похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності на кварцовому зразку

Температура, °C	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

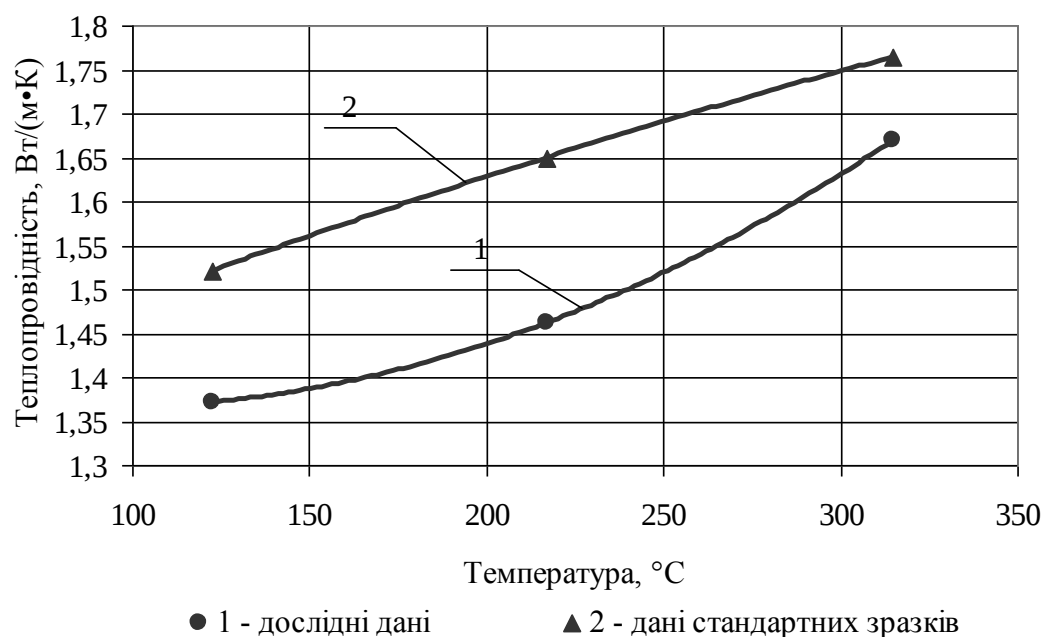


Рис. 2.19. Результати налагодження установки на кварцовому зразку

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. 2.17).

Таблиця 2.4. Геометричні розміри шамотного зразка

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

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 шамот. Термопары в мулітокремнеземистих чохлах вмонтовані у канавках на внутрішній та зовнішній поверхнях зразка.

Вимірювання проведено на трьох температурних рівнях, що відповідали значенням 623 °С, 825 °С, 932 °С. На графіках (рис. 2.20) представлено дані з коефіцієнта теплопровідності шамоту середньої густини (додаток Б, табл. Б.2) та дослідних даних, отриманих на сертифікованій установці СПБДТІ(ТУ) та дослідній установці НТУУ «КПІ», відповідно. Результати обчислень представлені в табл. 2.5. Повна відносна похибка визначення коефіцієнта теплопровідності становить біля 12 %.

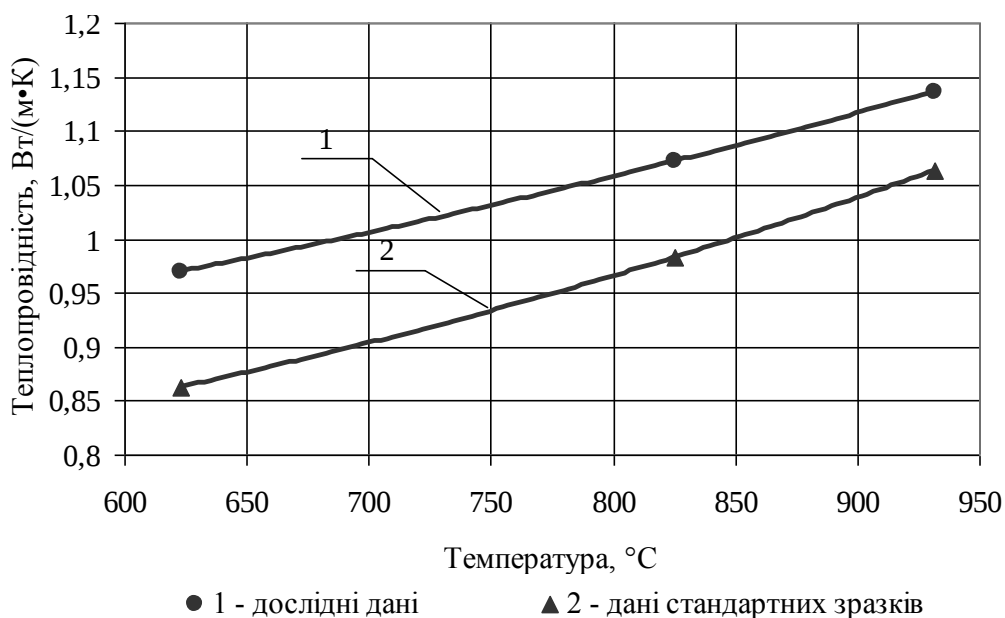


Рис. 2.20. Результати вимірювання коефіцієнта теплопровідності шамоту на установках КПІ та СПБДТІ (ТУ)

Таблиця 2.5. Похибка вимірювання коефіцієнта теплопровідності на шамотному зразку

Температура, °C	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

Вимірювання коефіцієнта теплопровідності вуглецевої теплоізоляційної шихти були проведені фірмою NETZSCH-GERATEBAU GmbH та надані ПАТ «Укрграфіт» (додаток Б, табл. Б.3). На розробленій установці були проведені дослід з вимірювання коефіцієнта теплопровідності даного сипучого вуглецевого матеріалу. Результати вимірювань зіставлені на графіках (рис. 2.21) та в табл. 2.6.

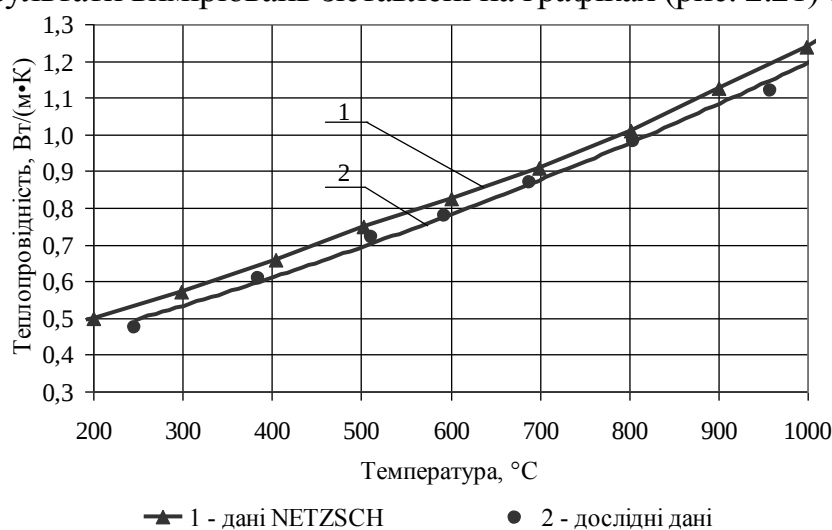


Рис. 2.21. Результати вимірювання коефіцієнта теплопровідності вуглецевої шихти на установках КПІ та NETZSCH

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

Проведені налагоджувальні дослід з дали можливість обчислити коефіцієнт поправки для широкого температурного діапазону. Таким чином, розрахункова формула для визначення коефіцієнта теплопровідності має вигляд

$$\lambda = 0,408 \frac{UI}{\Delta t} . \quad (2.39)$$

2.9. Планування експерименту

Трудомісткість вимірювання коефіцієнта теплопровідності вимагає застосування планування експерименту. Планування експерименту – це процедура вибору кількості та умов проведення дослідів, необхідних та достатніх для розв’язання поставленої задачі з необхідною точністю [80]. Основна мета теорії планування експерименту – побудова математичної моделі досліджуваного в експерименті процесу.

Важливим завданням планування експерименту є визначення кількості дослідів, які необхідні для виявлення залежності між досліджуваними змінними величинами. Параметри, які змінюються експериментатором у процесі випробувань, називаються факторами, а ті параметри, які вивчаються або оптимізуються, називаються виходами або відгуками системи [81]. Таким чином, планування експерименту дозволяє досягнути: мінімізації числа дослідів; одночасного варіювання всіма параметрами; використання математичного апарату, який формалізує дії експериментатора; вибору чіткої стратегії, що дозволяє приймати обґрунтовані рішення після кожної серії експериментів.

Планування експерименту вивчення механізму явища теплопровідності у залежності від температури, гранулометричного складу та вмісту термообробленого матеріалу досягається шляхом побудови математичної моделі і має на меті: зменшення матеріальних, трудових та часових витрат на проведення дослідів, вилучення з дослідів найбільшої кількості інформації про коефіцієнт теплопровідності сипучих матеріалів та встановлення аналітичної залежності між коефіцієнтом теплопровідності і факторами. У загальному вигляді математичне завдання планування експерименту відповідає рівнянню поверхні відгуку

$$y = f(x_1, x_2, \dots, x_n), \quad (2.40)$$

де y – вихід процесу, тобто параметр оптимізації; x_i – фактори, які варіюються під час проведення експерименту.

Для більшості реальних завдань вид поверхні відгуку заздалегідь невідомий, тому під час експериментального пошуку апроксимаційну функцію y представляють у вигляді відрізка ряду Тейлора, який містить вибіркові коефіцієнти регресії b , що визначаються за результатами кінцевого числа дослідів. Тоді рівняння регресії, отримане на основі результатів експериментів, приймає вигляд [82]

$$y = b_0 + \sum_{i=1}^n b_i x_i + \sum_{\substack{i=1..n-1 \\ j=i..n}} b_{ij} x_i x_j + \sum_{\substack{i=1..n-2 \\ j=i..n-1 \\ k=j..n}} b_{ijk} x_i x_j x_k + \dots \quad (2.41)$$

Таким чином, після обчислення коефіцієнтів регресії з'являється можливість оцінити вплив досліджуваних факторів на функцію відгуку.

Пошук математичного опису функції відгуку на основі повного факторного експерименту (ПФЕ) реалізує всі можливі неповторювані комбінації дослідів n незалежних факторів, кожний з яких варіюється на k рівнях [83, 84, 85]. Необхідна кількість дослідів N під час ПФЕ дорівнює

$$N = k^n.$$

Для випадку трьохфакторного експерименту апроксимаційне рівняння має вигляд

$$y = b_0 + b_1x_1 + b_2x_2 + b_3x_3 + b_{12}x_1x_2 + b_{13}x_1x_3 + b_{23}x_2x_3 + b_{123}x_1x_2x_3, \quad (2.42)$$

де x_1, x_2, x_3 – значення факторів; b_0 – вільний член, дорівнює відгуку у центрі плану; b_1, b_2, b_3 – коефіцієнти регресії, що показують ступінь впливу відповідних факторів на функцію відгуку; $b_{12}, b_{13}, b_{23}, b_{123}$ – коефіцієнти, що вказують на наявність ефекту взаємодії факторів (парної взаємодії).

Прийнявши у якості базової моделі поліном першої степені (2.42) за зміни факторів на двох рівнях, рівняння має значну похибку, що значно проявляється в центрі плану. Оскільки у результаті попередніх розрахунків не вдалося отримати адекватний математичний опис залежності коефіцієнта теплопровідності суміші сирого та графітованого кам'яновугільного коксу від температури та фракцій на основі лінійного рівняння, то слід перейти до планів другого порядку. Для отримання коефіцієнтів регресії у цьому випадку варіювання факторами на двох рівнях недостатньо. Застосування повного факторного експерименту типу 3^n для отримання роздільних оцінок коефіцієнтів полінома другого порядку не є раціональним, тому що планування на трьох рівнях характеризується різким збільшенням кількості дослідних точок (для кількості факторів $n = 3$ кількість дослідів становить $3^3 = 27$).

Плани 2-го порядку дозволяють отримати математичний опис у вигляді повної квадратичної моделі, що містить окрім основних ефектів b_i всі парні взаємодії b_{ij} і квадратичні ефекти b_{ii} ,

$$y(x_1, x_2, \dots, x_n) = b_0 + \sum_{i=1}^n b_i x_i + \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n b_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^n b_{ii} x_i^2. \quad (2.43)$$

Для розрахунку регресійного рівняння вибраний метод рототабельного центрального композиційного планування (РЦКП) експерименту, що дає змогу отримати більш точний математичний опис завдяки збільшенню кількості дослідів у центрі плану і спеціальному вибору значення «зіркового» плеча α (додаток В).

Відомо, що коефіцієнт теплопровідності λ коксового дріб'язку значним чином визначається температурою t , середнім розміром його фракцій d . Тому для пошуку функціонального зв'язку між перерахованими факторами та коефіцієнтом теплопровідності сирого та графітованого коксу побудуємо математичну модель.

З метою проведення РЦКП експерименту визначення коефіцієнта теплопровідності сирого та графітованого коксу вибрані межі, у яких можуть змінюватися вище перераховані фактори: температура – від 300 °С до 900 °С; середній розмір фракцій – від 2 мм до 6 мм. Під час проведення планування експерименту користуватися натуральною системою координат не завжди зручно, тому в планах використовують безрозмірну систему координат. Умови проведення дослідів зведені у табл. 2.7.

Таблиця 2.7. Умови проведення РЦКП для двох факторів

Характеристика плану	Кодований масштаб x_i	Натуральний масштаб	
		$x_1 = t, ^\circ\text{C}$	$x_2 = d, \text{мм}$
Нульовий рівень	0	600	4
Верхній рівень	+1	900	6
Нижній рівень	-1	300	2
Зіркові точки	+1,414	1025	7
	-1,414	175	1

Застосування РЦКП для трьох факторів: температури, розміру частинок, суміші сирого та графітованого коксу, – здійснюється за умовами проведення планування, що представлені у табл. 2.8.

Таблиця 2.8. Умови проведення РЦКП для трьох факторів

Характеристика плану	Кодований масштаб x_i	Натуральний масштаб		
		$x_1 = t, ^\circ\text{C}$	$x_2 = d, \text{мм}$	$x_3 = g, \%$
Нульовий рівень	0	600	4	50
Верхній рівень	+1	800	6	80
Нижній рівень	-1	400	2	20
Зіркові точки	+1,682	940	7,5	0
	-1,682	260	0,5	100

Послідовність розрахунків РЦКП приведена у додатку В. Матриця планування та результати розрахунків регресійного рівняння коефіцієнта теплопровідності для двох факторів приведені у табл. 2.9, 2.10, для трьох факторів у додатку В (табл. В.2). Отримані рівняння регресії мають вигляд:

– сирий кокс

$$y = 0,71 + 0,36X_1 + 0,12X_2 + 0,13X_1 X_2 + 0,05X_1^2; \quad (2.44)$$

– графітований кокс

$$y = 1,252 + 0,643X_1 + 0,244X_2 + 0,288X_1 X_2 + 0,18X_1^2; \quad (2.45)$$

– суміш сирого та графітованого коксу

$$y = 0,92 + 0,3X_1 + 0,12X_2 + 0,16X_3 + 0,03X_1^2 + 0,12X_1 X_2 + 0,06X_1 X_3, \quad (2.46)$$

де y – теплопровідність, Вт/(м·К); X_1 – кодована змінна температури; X_2 – кодована змінна середнього розміру фракції; X_3 – кодована змінна вмісту графітованого матеріалу у суміші.

За результатами розрахунків (див. табл. 2.9, 2.10, див. табл. В.2) значення критерію Фішера F_p менші за його критичні значення $F_{кр}$, тому рівняння регресії є адекватними експериментальним даним.

Таблиця 2.9. Матриця планування та результати експерименту для сирого коксу

№ досл.	X_0	X_1	X_2	X_1X_2	X_1^2	X_2^2	y_j^{e*}	y_j^{p**}
1	1	1	1	1	1	1	1,39	1,38
2	1	-1	1	-1	1	1	0,43	0,42
3	1	1	-1	-1	1	1	0,86	0,88
4	1	-1	-1	1	1	1	0,40	0,41
5	1	-1,414	0	0	2	0	0,30	0,31
6	1	1,414	0	0	2	0	1,35	1,33
7	1	0	-1,414	0	0	2	0,58	0,54
8	1	0	1,414	0	0	2	0,88	0,89
9	1	0	0	0	0	0	0,71	0,71
10	1	0	0	0	0	0	0,70	0,71
11	1	0	0	0	0	0	0,69	0,71
12	1	0	0	0	0	0	0,73	0,71
13	1	0	0	0	0	0	0,73	0,71
$\sum_{j=1}^N X_j y_j^e$	9,7	2,9	1,0	0,5	6,4	6,0	$S_y^2 = 0,0003;$ $S_{a\theta}^2 = 0,0012;$ $F_p = 3,7;$ $F_{кр} = 6,6$	
b	0,712	0,363	0,123	0,125	0,055	0,0072		
S_b^2	$7,9 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$4 \cdot 10^{-5}$	$2,1 \cdot 10^{-8}$	$4,6 \cdot 10^{-5}$	$4,6 \cdot 10^{-5}$		
$t_{кр} S_b$	0,025	0,018	0,018	0,0004	0,019	0,019		
Оскільки $t_{кр} S_{b22} > b_{22} $, то коефіцієнт регресії b_{22} – незначущий								
$y = 0,71 + 0,36X_1 + 0,12X_2 + 0,13X_1 X_2 + 0,05X_1^2$								

* y_j^e і ** y_j^p – експериментальне та розрахункове значення функції відгуку в j -му досліді.

Таблиця 2.10. Матриця планування та результати експерименту для графітового коксу

№ досл.	X_0	X_1	X_2	X_1X_2	X_1^2	X_2^2	y_j^e	y_j^p
1	1	1	1	1	1	1	2,57	2,61
2	1	-1	1	-1	1	1	0,78	0,75
3	1	1	-1	-1	1	1	1,42	1,54
4	1	-1	-1	1	1	1	0,78	0,83
5	1	-1,414	0	0	2	0	0,67	0,70
6	1	1,414	0	0	2	0	2,59	2,52
7	1	0	-1,414	0	0	2	0,93	0,91
8	1	0	1,414	0	0	2	1,50	1,60
9	1	0	0	0	0	0	1,25	1,25
10	1	0	0	0	0	0	1,20	1,25
11	1	0	0	0	0	0	1,23	1,25
12	1	0	0	0	0	0	1,26	1,25
13	1	0	0	0	0	0	1,32	1,25
$\sum_{j=1}^N X_j y_j^e$	17,5	5,1	2,0	1,2	12,1	10,4	$S_y^2 = 0,002;$ $S_{ad}^2 = 0,012;$ $F_p = 6,15;$ $F_{кр} = 6,6$	
b	1,252	0,643	0,244	0,288	0,18	-0,027		
S_b^2	$4,9 \cdot 10^{-4}$	$2,5 \cdot 10^{-4}$	$2,5 \cdot 10^{-4}$	$7,9 \cdot 10^{-7}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$	$2,8 \cdot 10^{-4}$		
$t_{кр} \cdot S_b$	0,061	0,044	0,044	0,002	0,047	0,047		
Оскільки $t_{кр} S_{b22} > b_{22} $, то коефіцієнт регресії b_{22} – незначущий								
$y = 1,252 + 0,643X_1 + 0,244X_2 + 0,288X_1 X_2 + 0,18X_1^2$								

2.10. Висновки

Відповідно до проведених досліджень можна зробити такі висновки.

1. Розроблено методику вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипучих матеріалів, яка ґрунтується на принципі суперпозиції температурних полів досліджуваного матеріалу і дає змогу підвищити точність вимірювання у широкому діапазоні температур.

2. Розроблено теплоелектричну модель конструкції установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності, числовий розрахунок якої показав систематичну похибку, викликану неодномірністю температурного поля на вимірювальній ділянці, не більше 2 %.

3. Розроблено конструкцію дослідної установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності з конструкційними можливостями, що дають можливість здійснювати дослідження у температурному діапазоні 100–1000 °С для матеріалу фракційним складом до 15 мм.

4. Проведено атестацію установки державним підприємством «Укрметртестстандарт» на шамотному, кварцовому та сипучому вуглецевому зразках, яка показала похибку вимірювання не більше 12 %, що знаходиться у межах розрахункової похибки 16 % (за довірчої ймовірності $W=0,997$).

5. За допомогою РЦКП експерименту встановлено достатність 20 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 %).

3. УСТАНОВКА ТА МЕТОДИКА ДЛЯ ДОСЛІДЖЕННЯ ЕЛЕКТРОПРОВІДНОСТІ (ПИТОМОГО ЕЛЕКТРИЧНОГО ОПОРУ)

3.1. Передумови розроблення установки для вимірювання питомого електричного опору

В літературі відсутні дані з питомого електричного опору коксового дріб'язку різного фракційно-структурного складу в діапазоні температури до 1000 °С за умов тиску 27 кПа. Відсутність дослідної установки для вимірювання питомого електричного опору вимагає її розроблення.

Для практичного використання результатів вимірювань дослідна установка повинна відповідати наступним умовам:

- використовуваний матеріал гранулометричною фракцією до 15 мм;
- діапазон вимірюваних величин 100–800000 Ом·мм²/м;
- температурний діапазон 20–1000 °С;
- діапазон створюваного тиску від 1,5 кПа до 50 кПа;
- похибка вимірювання не перевищує 15 % за довірчої ймовірності $W = 0,997$.

В сипучих вуглецевих матеріалах важливу роль відіграють контакти між частинками. За умови зменшення розмірів частинок електропровідність системи значною мірою визначається вкладом контактного електричного опору [86]. Застосування тієї чи іншої методики вимірювання ПЕО сипучого вуглецевого матеріалу в основному визначається розмірами частинок, оскільки за великих розмірів частинок і малих розмірів вимірювальної комірки кількість контактів між зернами може бути недостатньою для гарантування достовірності отриманих результатів [4]. Слід враховувати, що кам'яновугільний кокс є хорошим теплоізолятором і його нагрівання може супроводжуватися значними температурними перепадами в об'ємі досліджуваного матеріалу, що призводить до зростання похибки вимірювання. Такі особливості сипучого вуглецевого матеріалу вимагають розроблення спеціальних методів вимірювання їхніх властивостей.

3.2. Методика вимірювання питомого електричного опору

Відомі значні напрацювання з методів вимірювання ПЕО матеріалів. Розглянемо принципово найбільш близькі методи для даної проблеми. Один із способів вимірювання питомого електричного опору описаний у ГОСТ 23776-79 [87]. Даний стандарт встановлює методи вимірювання питомого електричного опору графітованих та випалених вуглецевих виробів за температури від 5 °С до 50 °С. Його суть полягає у вимірюванні питомого електричного опору шляхом пропускання електричного струму крізь виріб і визначення на частині його довжини падіння напруги. Недоліком пропонованої

стандартом схеми являється відсутність можливості вимірювання у високотемпературному діапазоні.

Найбільш близьким по суті є чотирьохзондовий потенціометричний метод визначення питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів в інтервалі температури 30–2500 °С [88], в якому досліджуваний матеріал виступає внутрішнім джерелом теплоти за рахунок проходження через нього електричного струму. Вимірювання падіння напруги на робочій ділянці здійснюється за допомогою потенціальних зондів, які встановлюються на робочій ділянці певної довжини. Недоліком запропонованого Лутковим А.І. способу являється нерівномірність температурного поля по висоті досліджуваного матеріалу, що збільшує похибку вимірювання питомого електричного опору.

На основі існуючого методу з метою підвищення точності вимірювання питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів у діапазоні температури 20–1000 °С розроблено методику [89], яка дає можливість створити рівномірне температурне поле у радіальному та осьовому напрямках дослідного зразка за рахунок пропускання експериментально визначеного значення струму через досліджуваний матеріал та додаткового теплопідводу до його бічної поверхні.

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

$$\rho = \frac{U}{I} \frac{S}{l}. \quad (3.1)$$

3.3. Конструкція установки для вимірювання питомого електричного опору

Для здійснення вимірювань питомого електричного опору за високих температур Лутков А.І. [4] запропонував використовувати установку, в якій графітові струмопідводи затискують досліджуваний матеріал у порожнистому 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 вольфрамових вантажів, установлених на заплечиках верхнього графітового електроду. Падіння напруги вимірюється на робочій ділянці, для чого в циліндрі із нітриду бора просвердлені радіальні отвори, в які вводяться зонди із піролітичного графіту, що має високу міцність та електропровідність. Недоліком запропонованої

Лутковим А.І. установки являється значна втрата теплоти через бічні стінки порожнистого циліндра, що спричиняють 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.

Підвищення точності вимірювання питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів у діапазоні температури 20–1000 °С з гранулометричним складом до 15 мм можна здійснити за рахунок створення рівномірного температурного поля по об'єму досліджуваного матеріалу на всьому інтервалі вимірюваної температури та спрощення існуючої конструкції торцевою та радіальною теплоізоляцією [90].

Розроблена установка являє собою вертикальну керамічну трубу (порожнистий циліндр), зовні якої розміщений спіральний нагрівник 1 (рис. 3.1). 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 теплоізоляцією 5, яка розміщена із зовнішньої сторони спірального нагрівника [91].

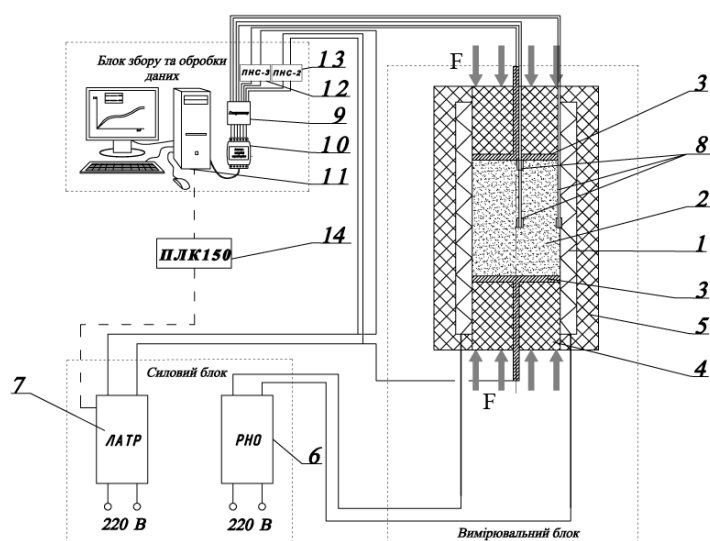


Рис. 3.1. Блок-схема установки для визначення питомого електричного опору вуглецевих матеріалів: 1 – спіральний нагрівник; 2 – досліджуваний матеріал; 3 – графітовий електрод; 4 – торцева теплоізоляція; 5 – радіальна теплоізоляція; 6 – регулятор напруги спірального нагрівника; 7 – регулятор напруги для 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 потужності спірального нагрівника 1 та внутрішнього джерела енергії досліджуваного матеріалу. Задавання потужності спірального нагрівника і струму, що проходить через 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 [92]. Значення падіння напруги на торцях досліджуваного матеріалу і електричного струму, який через нього проходить, надходять на блок збору і 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 у зразку 2 забезпечується регулятором 7 за допомогою програмованого контролера 14.

Реєстрація і оброблення отриманих даних здійснюється на ПК за допомогою спеціалізованого програмного продукту IndexTem. Управління потужністю внутрішнього джерела теплоти у зразку за рахунок проходження електричного струму виконується за схемою аналогічною системі автоматики вимірювання коефіцієнта теплопровідності з відмінністю лише у змінній потужності нагрівання. Вимірювання питомого електричного опору супроводжується попереднім визначенням контактного опору графітових електродів.

Розроблена установка з графітовими електродами представлена на фотознімках (рис. 3.2, а, б), а розріз її твердотільної моделі – на рис. 3.3.



а



б

Рис. 3.2. Фотознімок дослідної установки (а) для вимірювання питомого електричного опору та графітового електроду (б)

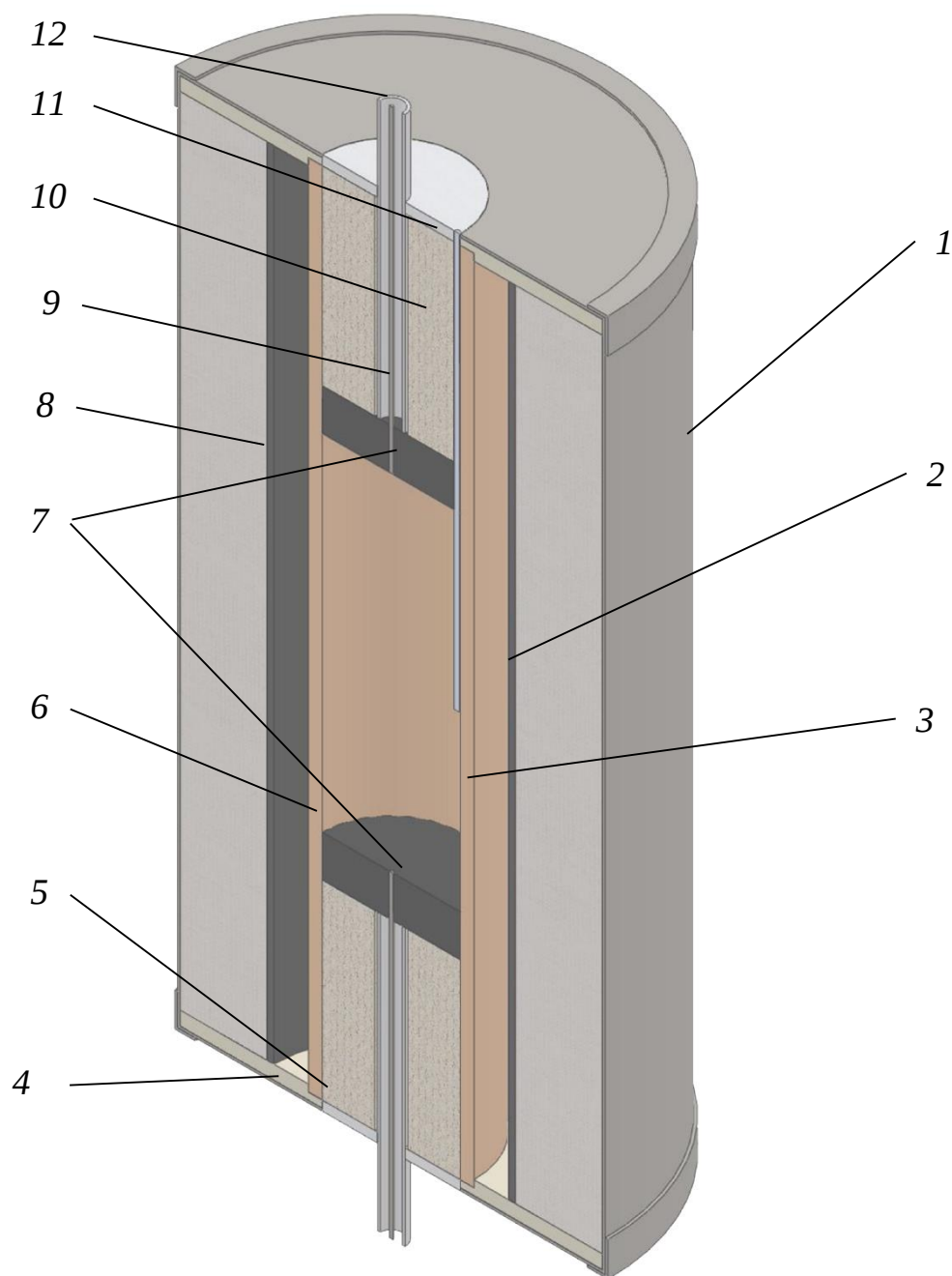


Рис. 3.3. Поздовжній розріз твердотільної моделі установки для вимірювання ПЕО:
 1 – обичайка кожуха; 2 – термопара; 3 – вимірювальна комірка; 4 – донце кожуха;
 5 – торцеві плити; 6 – фоновий нагрівник; 7 – графітові електроди; 8 – радіальна теплоізоляція; 9 – торцева теплоізоляція; 10 – керамічна трубка; 11 – провідник підведення струму та знімання електричного потенціалу; 12 – кришка кожуха

3.4. Оцінка похибки вимірювання питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів та налагоджувальні досліді

Повна відносна похибка, що включає відносну систематичну, випадкову похибки та відносну похибку віднесення, розробленої установки для вимірювання ПЕО розраховується за формулою

$$\delta(\rho) = \sqrt{\delta_{\text{сист}}^2(\rho) + \delta_{\text{відн}}^2(\rho) + \delta_{\text{вип}}^2(\rho)}. \quad (3.2)$$

Методична похибка вимірювання спричинена нерівномірністю температурного поля у вимірювальній комірці, що веде до нерівномірного розподілу струму в засипці і неоднаковості питомого електричного опору в об'ємі (рис. 3.4).

Для знаходження методичної похибки за наявності нерівномірного температурного поля по об'єму вимірювальної комірки необхідно порівняти різницю потенціалів у шарі засипки фіксованої висоти між центральною ΔU_1 та периферійною ΔU_2 частинами вимірювальної комірки. Складність вимірювання розподілу електричного потенціалу і температури у вимірювальній комірці вимагає розроблення математичної та відповідної числової моделі на основі системи диференціальних рівнянь у частинних похідних, описаних у розділі 2 (див. підрозділ 2.3). Результати розрахунків теплоелектричного стану установки представлено на рис. 3.4, а, б, в.

$$\rho_1 = \frac{\Delta U_1}{I} \frac{S}{l} \text{ та } \rho_2 = \frac{\Delta U_2}{I} \frac{S}{l};$$

$$\sigma_{\text{мет}}(\rho) = \rho_1 - \rho_2 = \frac{\Delta U_1}{I} \frac{S}{l} - \frac{\Delta U_2}{I} \frac{S}{l} = \frac{(\Delta U_1 - \Delta U_2) S}{I l};$$

$$\delta_{\text{мет}}(\rho) = \frac{\rho_1 - \rho_2}{\rho_1} = \left(\frac{(\Delta U_1 - \Delta U_2) S}{I l} \right) / \left(\frac{\Delta U_1 S}{I l} \right) 100 = \frac{\Delta U_1 - \Delta U_2}{\Delta U_1} 100, \quad (3.3)$$

де ρ_1, ρ_2 – питомий електричний опір на центральній та периферійній ділянках вимірювальної комірки довжиною l (м), Ом·мм²/м; $\Delta U_1, \Delta U_2$ – різниця потенціалів на центральній та периферійній ділянках, В; S – площа поперечного перерізу вимірювальної комірки, м².

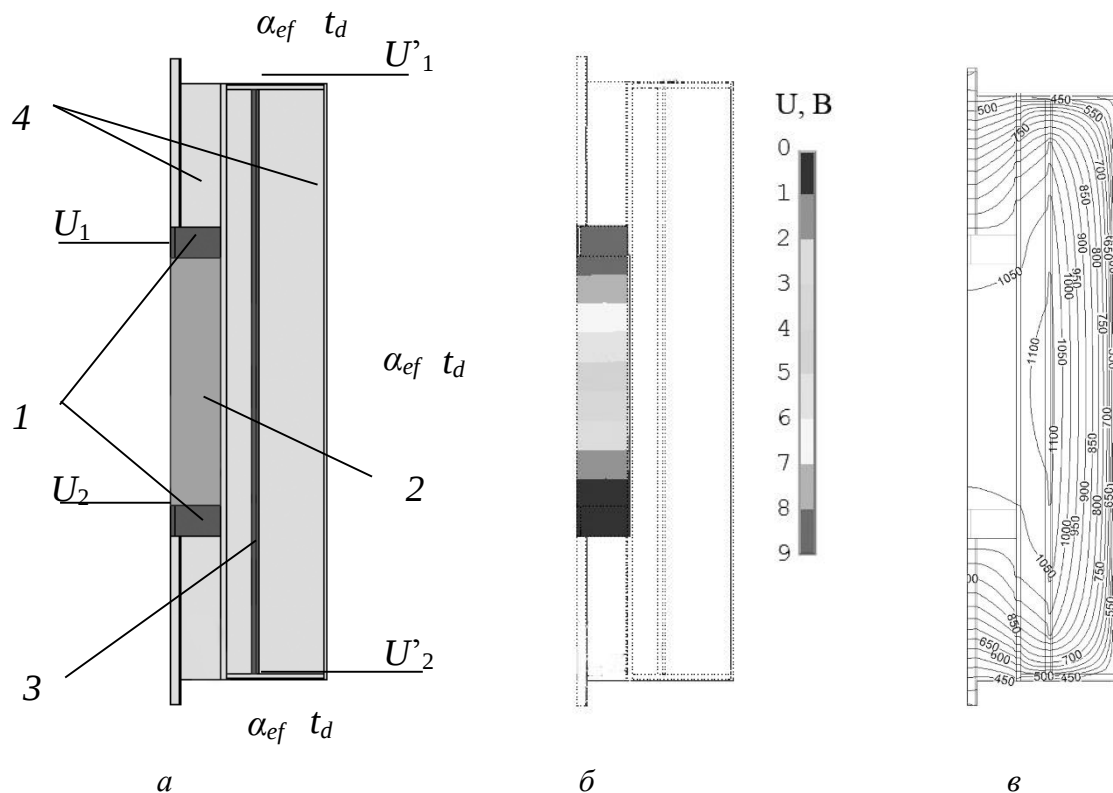


Рис. 3.4. – Моделювання фізичних полів дослідної установки для вимірювання ПЕО:
 1 – графітові електроди; 2 – досліджуваний матеріал; 3 – фоновий нагрівник;
 4 – теплоізоляція; а – геометрична модель та граничні умови; б – розрахунковий розподіл
 електричного потенціалу; в – розрахункове температурне поле (К)

За умови температурного перепаду у досліджуваному матеріалі не більше 20 К методична похибка не перевищує такого значення

$$\delta_{\text{мет}}(\rho) = \frac{0,583 - 0,595}{0,583} 100 = 2 \, \%$$

Використовувані вимірювальні прилади мають наступні похибки (приведені до довірчої ймовірності $W = 0,68$):

- вимірювання напруги (е.р.с.) $\delta_{\text{пр}}(U) = 2,4 \, \%$;
- вимірювання струму електричного нагрівника – $\delta_{\text{пр}}(I) = 0,25/3 = 0,083 \, \%$;
- вимірювання розмірів $\sigma_{\text{пр}}(l) = 1 \text{ мм} \Rightarrow \delta_{\text{пр}}(l) = (1/500)100 = 0,2 \, \%$;
- вимірювання площі поперечного перерізу вимірювальної комірки діаметром:

$$d = 100 \text{ мм}, \sigma_{\text{пр}}(d) = 0,1 \text{ мм}, \delta_{\text{пр}}(d) = (0,1/100)100 = 0,1 \, \%;$$

$$\delta_{\text{пр}}(S) = \sqrt{\left[\left(\frac{\partial S}{\partial d} \sigma_{\text{пр}}(d) \right) / S \right]^2} = \sqrt{(2\delta_{\text{пр}}(d))^2} = 2\delta_{\text{пр}}(d); \quad (3.4)$$

$$\delta_{\text{пр}}(S) = 2 \cdot 0,1 = 0,2 \text{ \%}.$$

– похибка хромель-алюмелевих термопар містить складові похибок первинних перетворювачів та модулів перетворення електричного сигналу

$$\sigma_{\text{пр}}(t) = \sqrt{\sigma_{\text{д}}^2(t) + \sigma_{\text{м}}^2(t)}.$$

Гранично допустимі основні похибки (за довірчої ймовірності $W = 0,997$) розраховуються за формулами (2.27) та (2.28). Тоді максимально можлива похибка вимірювання температури для $t = 1000 \text{ }^\circ\text{C}$ становить:

$$3\sigma(t) = 4 + 5 \cdot 10^{-3}(1000 - 300) = 7,5 \text{ К за довірчої ймовірності } W = 0,997;$$

$$\sigma_{\text{д}}(t) = 7,5/3 = 2,5 \text{ К за довірчої ймовірності } W = 0,68.$$

Використовуючи паспортні дані модуля перетворення аналогового сигналу, можна визначити його максимально можливу абсолютну похибку:

$$\delta_{\text{м}}(t) = 0,5 \text{ \%}, \quad \sigma_{\text{м}}(t) = (\delta_{\text{м}}/100)t; \quad (3.5)$$

$$\sigma_{\text{м}}(t) = 0,5 \cdot 10^{-2} \cdot 10^3 = 5 \text{ }^\circ\text{C}.$$

Сумарна максимально можлива абсолютна і відносна похибки вимірювання температури становлять:

$$\sigma_{\text{пр}}(t) = \sqrt{2,5^2 + 5^2} = 5,6 \text{ }^\circ\text{C}, \quad \delta_{\text{пр}}(t) = (\sigma_{\text{пр}}(t)/t)100; \quad (3.6)$$

$$\delta_{\text{пр}}(t) = (5,6/1000)100 = 0,56 \text{ \%}.$$

Сумарна відносна приладова помилка становить:

$$\delta_{\text{пр}}(\rho) = \frac{\sigma_{\text{пр}}(\rho)}{\rho} = \frac{\sqrt{\sum_i \left[\frac{\partial \rho}{\partial x_i} \sigma(x_i) \right]^2}}{(U/I)(S/l)};$$

$$\delta_{\text{пр}}(\rho) = \sqrt{\delta_{\text{пр}}^2(U) + \delta_{\text{пр}}^2(I) + \delta_{\text{пр}}^2(S) + \delta_{\text{пр}}^2(l)}; \quad (3.7)$$

$$\delta_{\text{пр}}(\rho) = \sqrt{2,4^2 + 0,083^2 + 0,2^2 + 0,2^2} = 2,42 \%$$

за довірчої ймовірності $W = 0,68$.

Залишки повної систематичної похибки підчас визначення питомого електричного опору становлять:

$$\delta_{\text{сист}}(\rho) = \sqrt{\delta_{\text{мет}}^2(\rho) + \delta_{\text{пр}}^2(\rho)}; \quad (3.8)$$

$$\delta_{\text{сист}}(\rho) = \sqrt{2^2 + 2,42^2} = 3,14 \% \text{ за довірчої ймовірності } W = 0,68.$$

Температура і тиск не входять у розрахункову формулу, але їхні значення впливають на результуючу похибку вимірювання ПЕО та враховуються похибками віднесення, які пов'язані з похибками вимірювання температури і тиску. Особливістю визначення похибки віднесення являється те, що залежність $\rho = \rho(t, p)$ попередньо невідома. Тому похибка віднесення визначається після проведення експерименту за отриманими дослідними даними. На основі проведених пробних дослідів на коксовому дріб'язку фракцією 4–6 мм встановлені залежності ПЕО від тиску та температури (рис. 3.5, 3.6).

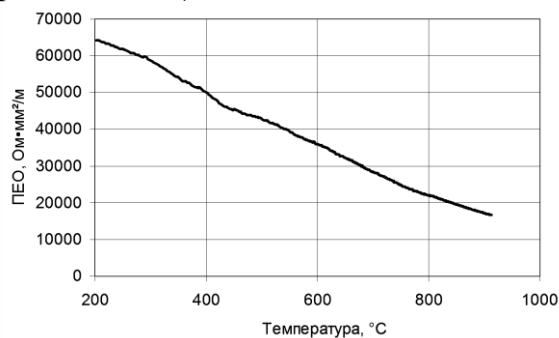


Рис. 3.5. Температурна залежність ПЕО для коксового дріб'язку

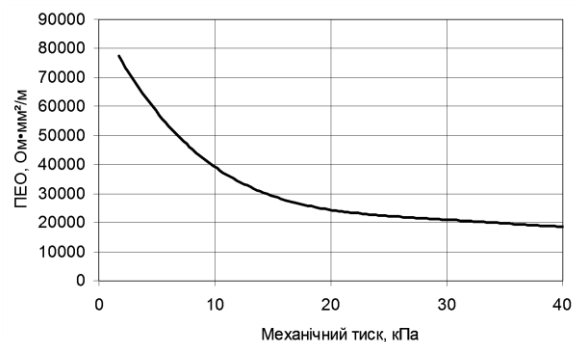


Рис. 3.6. Залежність ПЕО від тиску для коксового дріб'язку за температури 800 °C

Для пошуку похідної функції $\rho = f(t)$ візьмемо температурний проміжок 600–900 °C, а для функції $\rho = f(p)$ – 20–40 кПа:

$$\rho = 0,0714t^2 - 169,95t + 112294; \quad (3.9)$$

$$\rho = 6,76 \cdot 10^{-6}p^2 - 0,7114p + 36286; \quad (3.10)$$

$$\frac{\partial p}{\partial t} = 0,143t - 169,95, \quad \frac{\partial p}{\partial p} = 13,52 \cdot 10^{-6} p - 0,7114.$$

Визначимо похибку вимірювання тиску, знаючи, що вона складається із похибки визначення маси гирі m , поставленої на важелі, та похибки вимірювання площі поперечного перерізу S вимірювальної комірки

$$p = \frac{mg}{S}, \quad (3.11)$$

де p – тиск, Па; g – прискорення вільного падіння, м/с²; S – площа поперечного перерізу вимірювальної комірки, м².

Похибка вимірювання стискуючого зусилля F залежить від приладової похибки вимірювання маси гирі та установки вантажу на важелі, що здійснюється за допомогою лінійки. Для вимірювання маси використовуються ваги ручні з ціною поділки 0,01 кг і відносною похибкою вимірювання $\delta(m) = (0,01/10)100 = 0,1 \%$. Відносна похибка вимірювання довжини плеча важеля за допомогою лінійки становить $\delta(l_{пл}) = (1/250)100 = 0,4 \%$. Таким чином, відносна приладова похибка вимірювання тиску дорівнює:

$$\delta_{пр}(p) = \sqrt{\delta_{пр}^2(l_{пл}) + \delta_{пр}^2(m) + \delta_{пр}^2(S)}; \quad (3.12)$$

$$\delta_{пр}(p) = \sqrt{0,4^2 + 0,1^2 + 0,2^2} = 0,5 \%.$$

Похибки віднесення для температури 800 °С і тиску 27 кПа розраховуються за формулами:

$$\delta_{відн}(p) = \sqrt{\left[\frac{\partial p}{\partial t} \sigma_{пр}(t) \right]^2 + \left[\frac{\partial p}{\partial p} \sigma_{пр}(p) \right]^2};$$

$$\delta_{відн}(p) = \sqrt{\left[\frac{\partial p}{\partial t} \frac{t \delta_{пр}(t)}{100} \right]^2 + \left[\frac{\partial p}{\partial p} \frac{p \delta_{пр}(p)}{100} \right]^2}; \quad (3.13)$$

$$\begin{aligned} \sigma_{відн}(p) &= \sqrt{\left[(0,143 \cdot 800 - 169,95) \frac{800 \cdot 0,56}{100} \right]^2 + \left[(13,52 \cdot 10^{-6} \cdot 27000 - 0,7114) \frac{27000 \cdot 0,5}{100} \right]^2} = \\ &= 253 \text{ Ом} \cdot \text{мм}^2/\text{м}; \end{aligned}$$

$$\delta_{\text{відн}}(\rho) = \frac{\sigma_{\text{відн}}(\rho)}{\rho} 100 = \frac{253}{21950} 100 = 1,15 \, \%.$$

Відносна випадкова похибка, що розраховується як середньоквадратична, не перевищує 3,1 %.

Повна відносна похибка визначення ПЕО становить:

$$\delta(\rho) = \sqrt{3,1^2 + 1,15^2 + 3,14^2} = 5 \, \% \text{ за довірчої ймовірності } W = 0,68;$$

$$\delta(\rho) = 15 \, \% \text{ за довірчої ймовірності } W = 0,997.$$

Налагоджувальні досліді на експериментальній установці для вимірювання питомого електричного опору були проведені на сипучих вуглецевих матеріалах, приготованих на ПАТ «Укрграфіт». У випробувальній лабораторії електродного заводу були проведені вимірювання ПЕО сирого, графітованого коксового дріб'язку, багатокомпонентної шихти за температур 20–40 °С та тиску 26 кПа.

Вимірювання ПЕО різних вуглецевих матеріалів показали такі результати:

- сирий коксовий дріб'язок – 78 кОм·мм²/м;
- графітований коксовий дріб'язок – 3,8 кОм·мм²/м;
- багатокомпонентна шихта – 310 кОм·мм²/м.

Похибка вимірювання за даними зіставлення результатів, що отримано у випробувальній лабораторії ПАТ «Укрграфіт» та на розробленій установці НТУУ «КПІ», не перевищує 5 % за довірчої ймовірності $W = 0,68$.

3.5. Висновки

Відповідно до проведених досліджень можна зробити такі висновки.

1. Розроблено методику та конструкцію установки для вимірювання питомого електричного опору, що дають змогу створити рівномірне температурне поле у радіальному та осьовому напрямках досліджуваного матеріалу за рахунок пропускання через нього експериментально визначеного значення струму та додаткового теплопідводу до його бічної поверхні.

2. Розроблено теплоелектричну числову модель для розроблюваної конструкції установки, на основі якої здійснено оцінку систематичної методичної похибки вимірювання ПЕО, що спричинюється неоднорідністю температурного поля у вимірювальній комірці, яка не перевищує 2 %.

3. На підставі числового аналізу теплоелектричного стану та налагоджувальних дослідів визначено похибку вимірювання ПЕО на експериментальній установці, що не перевищує 15 % за довірчої ймовірності $W = 0,997$.

4. РЕЗУЛЬТАТИ ДОСЛІДЖЕННЯ ТЕПЛОПРОВІДНОСТІ ТА ПИТОМОГО ЕЛЕКТРИЧНОГО ОПОРУ СИПУЧИХ ВУГЛЕЦЕВИХ МАТЕРІАЛІВ ТА ЇХ ВИКОРИСТАННЯ ДЛЯ ВИЗНАЧЕННЯ ТЕПЛОЕЛЕКТРИЧНОГО СТАНУ ПЕЧІ ГРАФІТУВАННЯ

4.1. Дослідження теплопровідності вуглецевих матеріалів

4.1.1. Особливості вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипучих вуглецевих матеріалів

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

Пробні дослідження 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. 4.1) та насипну густину засипки 480 кг/м³. Під час проведення пробних експериментів (рис. 4.1) переслідувалася мета дослідження відтворюваності результатів за умови повторних вимірювань коефіцієнта теплопровідності.

Таблиця 4.1. 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

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 % за довірчої ймовірності $W = 0,68$.

Також проведено повторні вимірювання коефіцієнта теплопровідності сирого коксового дріб'язку з гранулометричним складом 0–10 мм (табл. 4.2) у діапазоні температури 200–1000 °С з насипною густиною 740 кг/м³ (рис. 4.2).

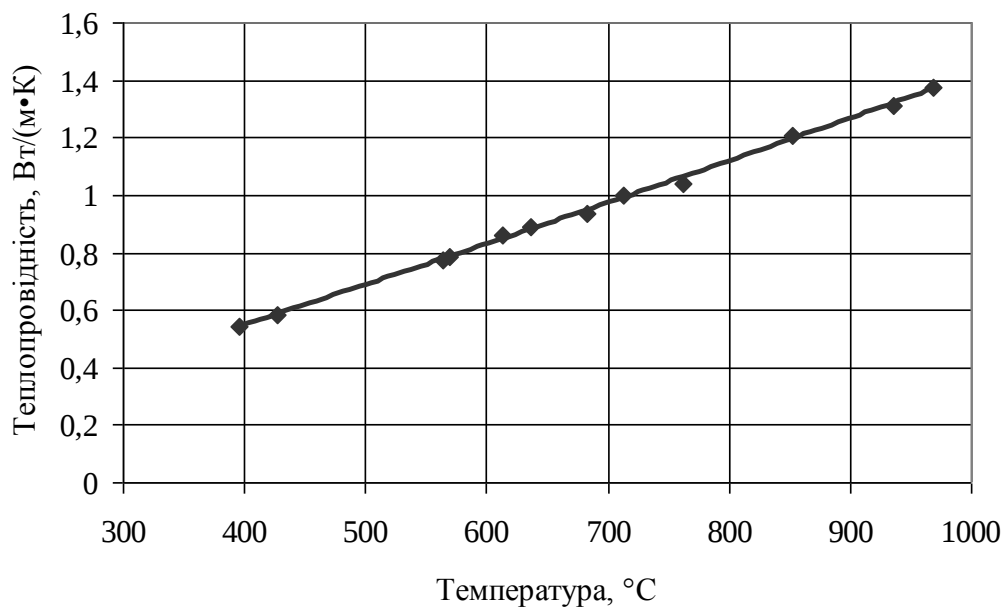


Рис. 4.1. Результати вимірювання коефіцієнта теплопроводності коксового дріб'язку у разі вільної засипки

Таблиця 4.2. 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

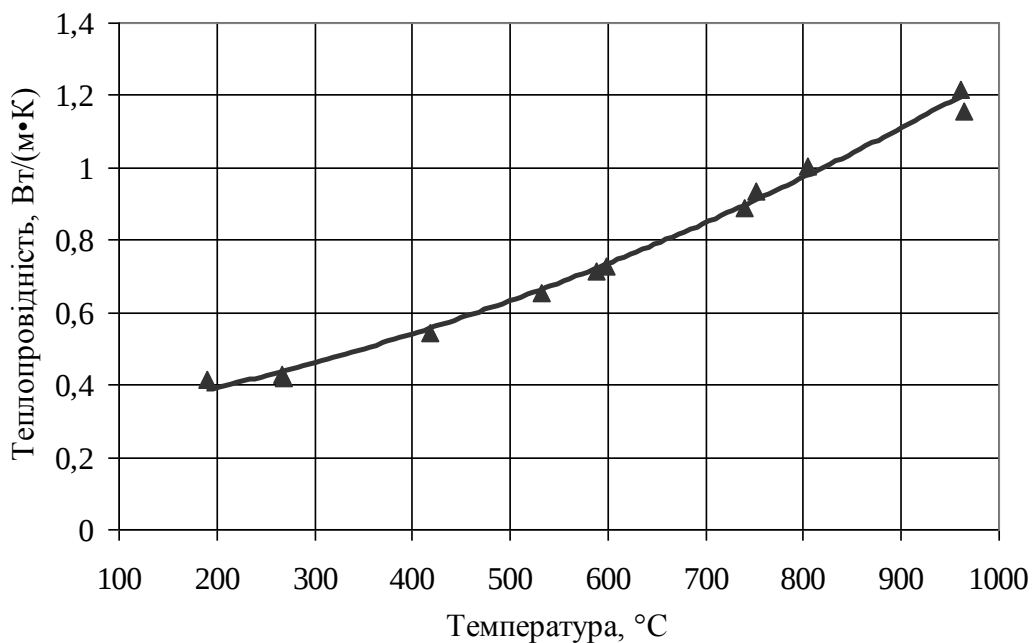


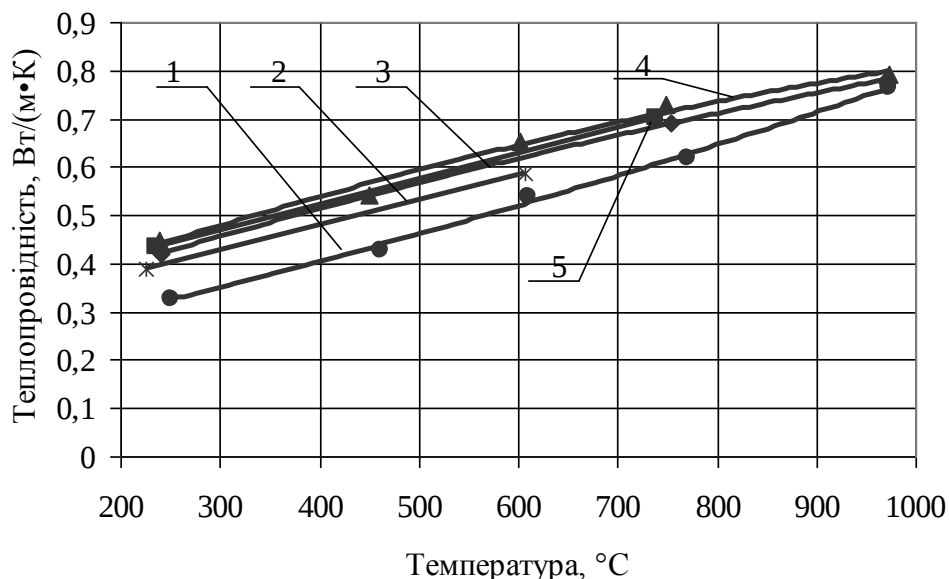
Рис. 4.2. Коефіцієнт теплопроводності сирого коксового дріб'язку 0–10 мм

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

Актуальність проведення дослідження коефіцієнта теплопровідності сипучих вуглецевих матеріалів на прикладі коксового дріб'язку пов'язана з відсутністю у літературних джерелах даних, які б враховували гідростатичний тиск, що присутній у печах графітування за рахунок шару матеріалу висотою біля 4 м і становить приблизно 27 кПа. Тому важливо дослідити вплив тиску на характер температурної залежності коефіцієнта теплопровідності коксового дріб'язку. З цією метою проведено досліди на сирому коксовому дріб'язку гранулометричним складом 0–10 мм, фракціях 0–2 мм та 6–8 мм в умовах вільної засипки та попереднього трамбування прикладеною вагою.

Тиск зі значенням приблизно 27 кПа створювався за рахунок пошарового заповнення і трамбування під дією ваги. Даний спосіб трамбування дає змогу досягнути більш щільної укладки частинок досліджуваного матеріалу. Вимірювання коефіцієнта теплопровідності коксового дріб'язку різного фракційного складу здійснювалися за умови вільної засипки та тиску до 68 кПа.

Для тиску 68 кПа коефіцієнт теплопровідності коксового дріб'язку фракцією 0–2 мм набуває майже еквідистантного зміщення у сторону росту теплопровідності на 40 % (рис. 4.3), що характерно для температурного відрізка 200–700 °С. Вище 700 °С коефіцієнт теплопровідності підпресованого матеріалу зменшується і за температури 970 °С наближається до значення коефіцієнта теплопровідності матеріалу як для вільної засипки. Отримані результати для фракції 0–2 мм пояснюються зростанням кількості контактів між частинками із зростанням тиску, що особливо проявляється за низької температури.



● 1 - вільна засипка × 2 - 11 кПа ◆ 3 - 27 кПа ▲ 4 - 45 кПа ■ 5 - 68 кПа

Рис. 4.3. Вплив ущільнення на характер коефіцієнта теплопровідності сирого коксового дріб'язку фракцією 0–2 мм

Вплив ущільнення під тиском 45 кПа зернистої системи фракційним складом 0–10 мм показує зміщення кривої коефіцієнта теплопровідності (рис. 4.4), що не перевищує 15 %, причому відносна випадкова похибка для двох кривих не перевищує 6 %. Таким чином, ущільнення свіжого коксового дріб'язку фракції 0–10 мм призводить до вищих значень коефіцієнта теплопровідності за низької температури і зниження за високої температури по відношенню до коефіцієнта теплопровідності вільної засипки.

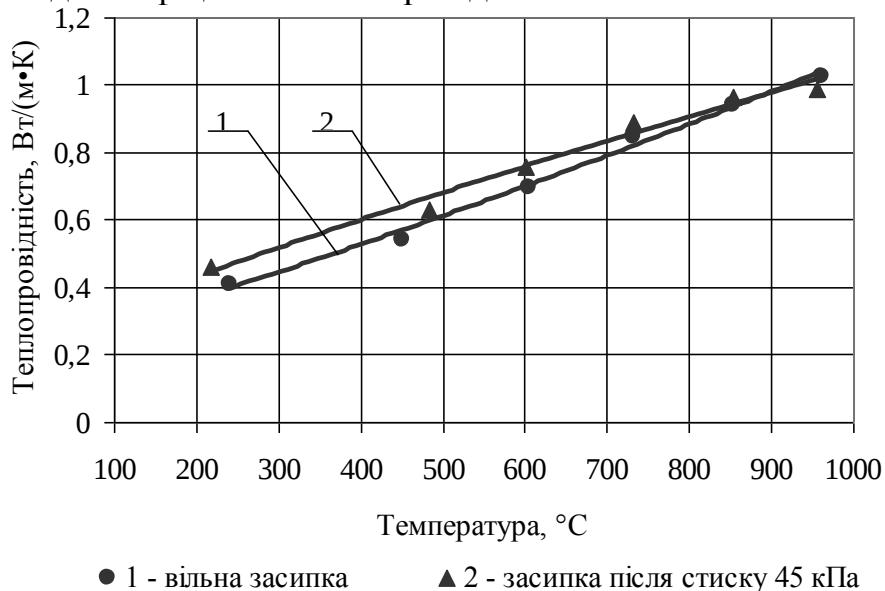


Рис. 4.4. Вплив ущільнення на характер коефіцієнта теплопровідності сирого коксового дріб'язку гранулометричним складом 0–10 мм

Ущільнення коксового дріб'язку фракції 6–8 мм за тиску 68 кПа приводить до зменшення коефіцієнта теплопровідності за високої температури (рис. 4.5).

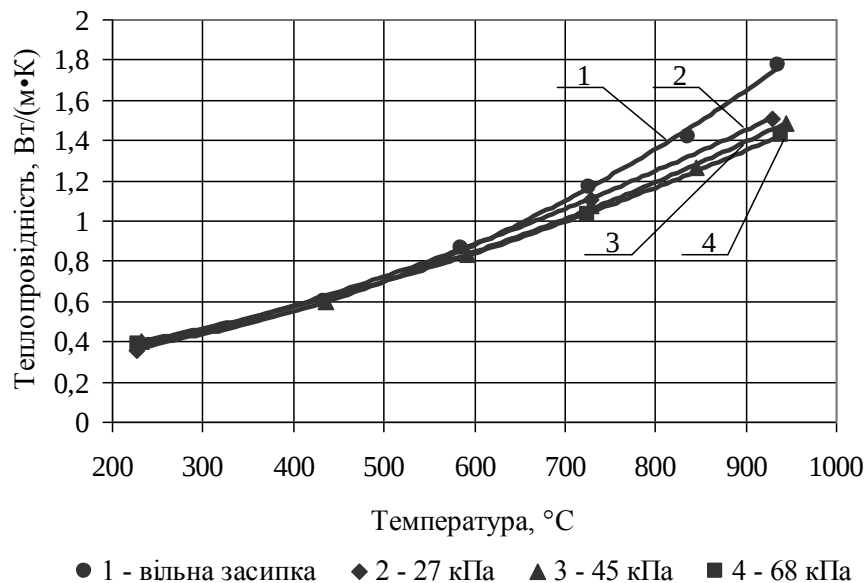


Рис. 4.5. Вплив ущільнення на характер коефіцієнта теплопровідності сирого коксу фракцією 6–8 мм

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

Слід відзначити, що для фракцій досліджуваного матеріалу 0–2 мм та 6–8 мм тиск вищий за 27 кПа майже не впливає на значення коефіцієнта теплопровідності.

Застосування рототабельного центрального композиційного планування експерименту на основі 20 дослідних точок дає можливість розрахувати регресійне рівняння залежності коефіцієнта ефективної теплопровідності (коефіцієнт детермінації $R^2=0,85$) від температури, розміру гранул та прикладеного тиску

$$\lambda = 0,26 + 1,43 \cdot 10^{-4} t - 0,051 d + 0,009 p + 2,77 \cdot 10^{-7} t^2 - 4,36 \cdot 10^{-5} p^2 + 1,98 \cdot 10^{-4} t d - 6,08 \cdot 10^{-6} t p - 5,9 \cdot 10^{-4} d p \quad (4.1)$$

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

Графіки залежності коефіцієнта теплопровідності у разі вільної засипки та тиску 54 кПа приведені на рис. 4.6 та 4.7. Слід відзначити істотний вплив тиску на характер температурної залежності коефіцієнта теплопровідності.

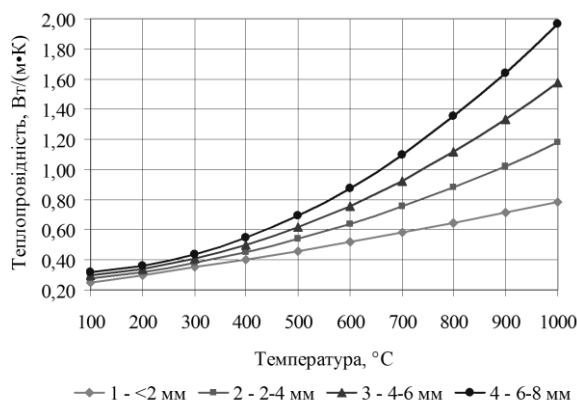


Рис. 4.6. Коефіцієнт теплопровідності сирого коксу за умови вільної засипки

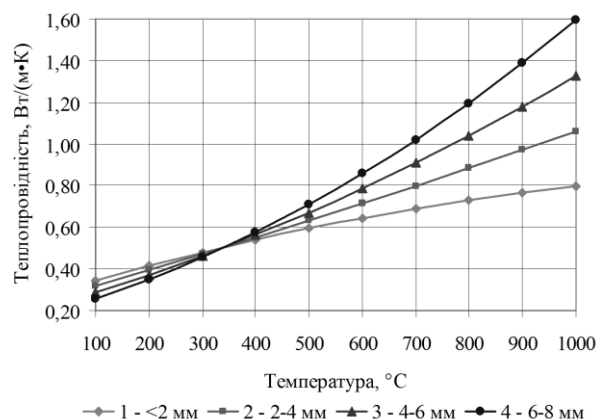


Рис. 4.7. Коефіцієнт теплопровідності сирого коксу за тиску 54 кПа

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

4.1.2. Дослідження теплопровідності сумішей сирого та графітованого коксу

Високотемпературні агрегати важкої промисловості вимагають підвищених вимог до теплоізоляційних матеріалів, які повинні бути стійкими до температурних та механічних навантажень. Варто виділити клас дрібного кам'яновугільного коксу гранулометричною фракцією 0–10 мм, який називається коксовим дріб'язком. Коксовий дріб'язок використовують у якості пересипочного та теплоізоляційного матеріалу в печах випалювання та графітування вуглеграфітових виробів [8, 93, 94, 95].

У печах графітування у якості теплоізоляції використовують багатокомпонентну теплоізоляційну шихту, серед компонентів якої присутні сирий та графітований коксовий дріб'язок, тирса та пісок [7]. Графітований кокс характеризується зміненими теплофізичними властивостями після високотемпературної обробки (вище 2300 °C), за якої відбувається часткове впорядкування кристалічної решітки [96].

Розрахунки температурних полів у печі графітування потребують більш детального вивчення температурної залежності коксового дріб'язку в залежності 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 [97]. Оскільки на коефіцієнт ефективної теплопровідності має значний вплив розмір частинок у сипучому матеріалі, то необхідні відомості про його гранулометричний склад.

У випробувальній лабораторії ПАТ «Укрграфіт» проведений аналіз складу сипучих теплоізоляційних матеріалів, використовуваних на даний момент у печах графітування електродного заводу. Отримані дані наведені в табл. 4.2, 4.3 і 4.4 для багатокомпонентної теплоізоляційної шихти, графітованої багатокомпонентної шихти, сирого та графітованого коксового дріб'язку.

Таблиця 4.3. 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 ПАТ «Укрграфіт» теплоізоляційна шихта, крім коксу, містить кварцовий пісок і деревну тирсу в кількості по 10 % від

загального об'єму. Графітований коксовий дріб'язок отриманий шляхом графітування у тиглі, що був завантажений у верхньому шарі теплоізоляційної шихти, його гранулометричний склад представлений у табл. 4.4.

Таблиця 4.4. 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 %, окрім фракції менше 0,071 мм. Частка фракції менше 0,071 мм після термообробки збільшилася з 2,6 % до 6,0 %, що пов'язано з руйнуванням частинок коксу.

Значення насипної густини досліджуваного сипучого вуглецевого матеріалу під надлишковим тиском 27 кПа приведені в табл. 4.5.

Таблиця 4.5. Насипна густина сипучих 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 із процентними співвідношеннями, відповідно, 100/0, 75/25, 50/50, 25/75, 0/100 та багатокомпонентної шихти, використовуваної у печах графітування, представлені на графіках (рис. 4.8).

Як видно із графіків, однокомпонентна шихта, що складається повністю з сирого коксового дріб'язку, має найкращі теплоізоляційні властивості у діапазоні температури до 800 °С. Коефіцієнт теплопровідності коксового дріб'язку за температури 250 °С становить 0,4 Вт/(м·К). Збільшення частки графітованого матеріалу на кожні 25 % збільшує коефіцієнт теплопровідності суміші на 10–20 % [98] (у середньому за всіма вимірами – на 15 %). Графітована однокомпонентна шихта за тієї ж температури має значення коефіцієнта теплопровідності 0,9 Вт/(м·К). За температури 950 °С 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. 4.8) видно, що значення коефіцієнта

теплопровідності сирого коксового дріб'язку та багатокомпонентної теплоізоляційної шихти майже співпадають.

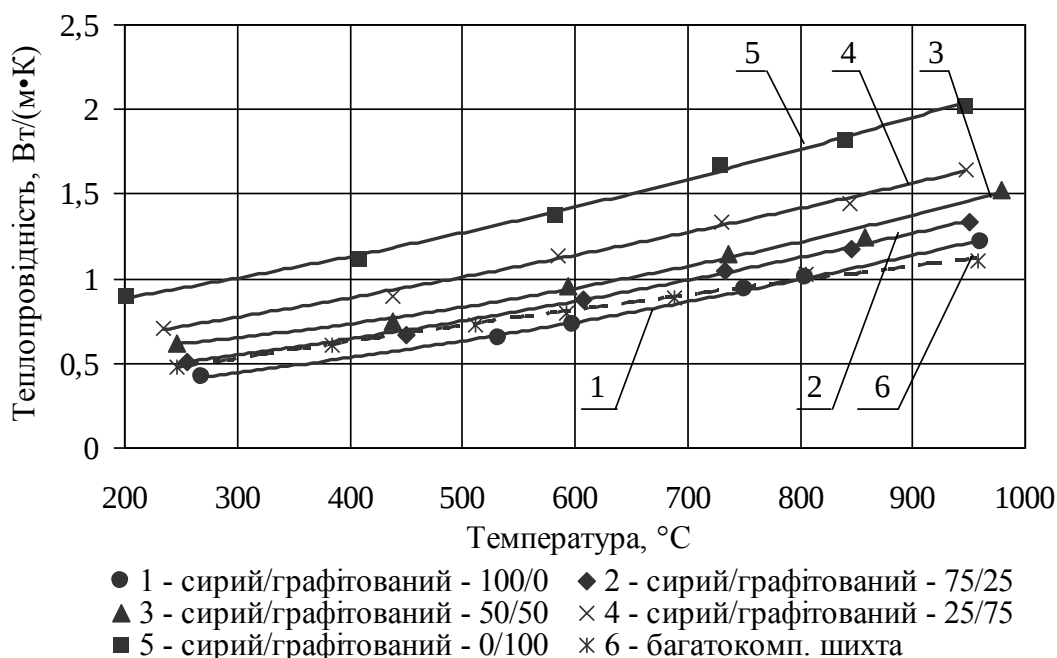


Рис. 4.8. Коефіцієнт теплопровідності різних співвідношень суміші сирого та графітованого коксового дріб'язку і багатокомпонентної шихти

При чому 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 у багатокомпонентній шихті значної частки (50 %) фракції 0–0,5 мм, яка заповнює повітряні пори, 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 пор, що призводить до зниження коефіцієнта теплопровідності матеріалу за низької температури. З ростом температури у дисперсному матеріалі із більш пористою структурою зростає вклад 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 [99].

4.1.3. Дослідження теплопровідності сирого та графітованого коксу різних фракцій

Як відомо, характер температурної залежності коефіцієнта ефективної теплопровідності сипучого матеріалу визначається розмірами частинок. Тому для встановлення закономірностей коефіцієнта теплопровідності в діапазоні

температури 200–1000 °С вибрано сирий та графітований коксовий дріб'язок до 10 мм. Для дослідів використано 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 здійснювалося на шести температурних рівнях зі значеннями насипної густини досліджуваного матеріалу [100], які відповідають умовам застосування його у печах графітування як теплоізоляції під тиском 27 кПа (табл. 4.6). Результати вимірювань сирого коксового дріб'язку приведені на графіках (рис. 4.9).

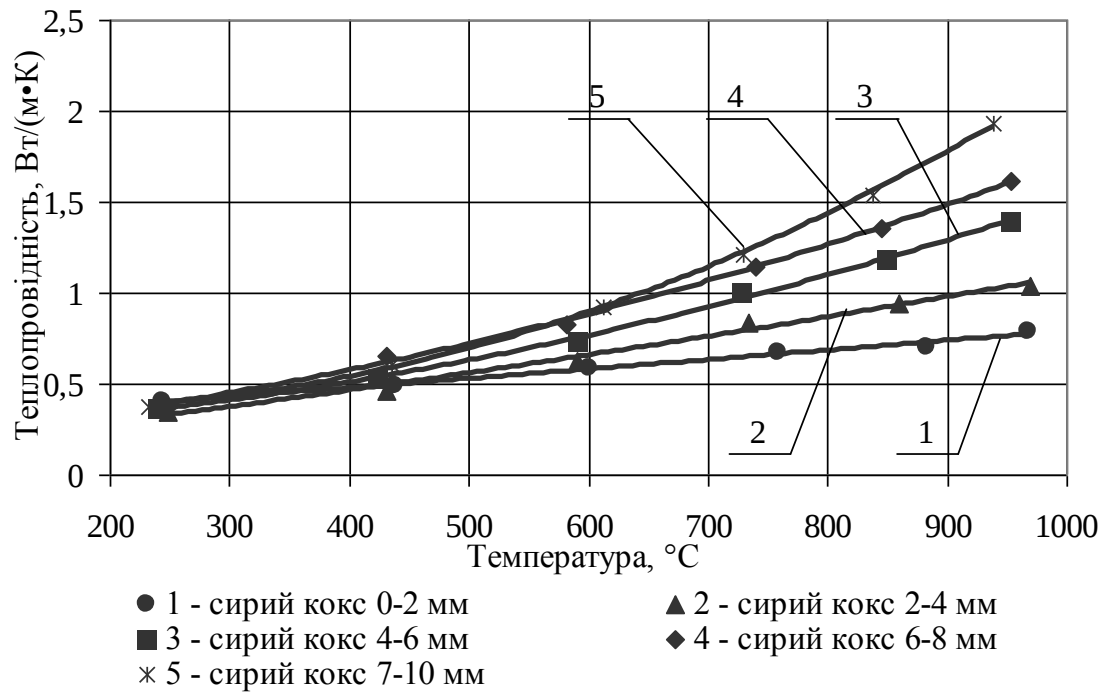
Таблиця 4.6. Густина сирого і графітованого коксу різного фракційного складу

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	—

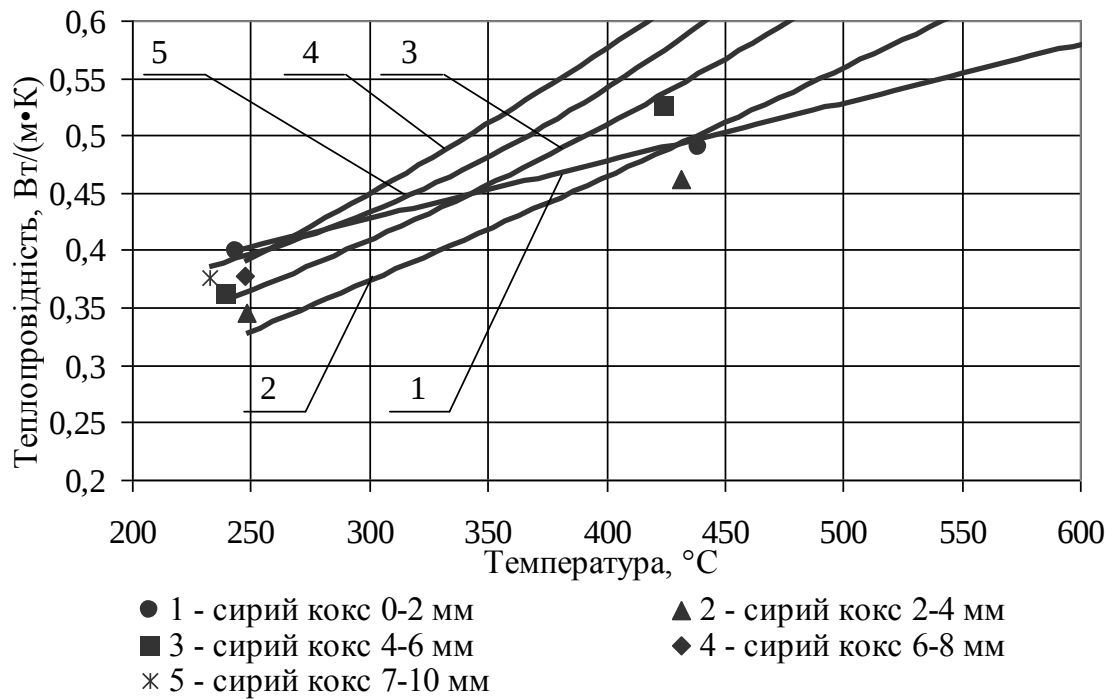
За температури 250 °С найбільше значення коефіцієнта ефективної теплопровідності має фракція 0–2 мм. З ростом температури коефіцієнт ефективної теплопровідності коксового дріб'язку зростає і за температури 940 °С у фракції 7–10 мм майже в 2,5 рази вищий ніж у фракції 0–2 мм за температури 970 °С [101].

Проведені досліді показали, що зі збільшенням розмірів частинок міжчастинковий простір зернистої системи зростає (рис. 4.10). Збільшення коефіцієнта ефективної теплопровідності у залежності від температури і розмірів фракцій пов'язане не тільки зі зменшенням контактного опору між частинками і збільшенням внеску теплопровідності матеріалу частинок, але і за рахунок збільшення частки теплоти, яка переноситься випромінюванням у порожнинах між частинками зернистої системи. Для досліджуваного сирого коксового дріб'язку фракцією 0–2 мм проведено ситовий аналіз (табл. 4.7), що показав значний вміст порошкоподібної фракції [102].

Температурну залежність коефіцієнта теплопровідності отримано також для сирого коксового дріб'язку гранулометричним складом 0–5 мм і приведено у порівнянні з 0–10 мм на графіках (рис. 4.11). З графіків видно, що коефіцієнт ефективної теплопровідності розглянутих фракцій за температури біля 250 °С майже однаковий, що обумовлено значним вмістом дрібних фракцій, а біля 1000 °С матеріал фракцією 0–5 мм має майже у 1,25 рази нижче значення ніж у фракції 0–10 мм.



a



б

Рис. 4.9. Коефіцієнт теплопровідності сирого коксового дріб'язку різних фракцій:
a – інтервал 200–1000 °C; *б* – інтервал 200–600 °C

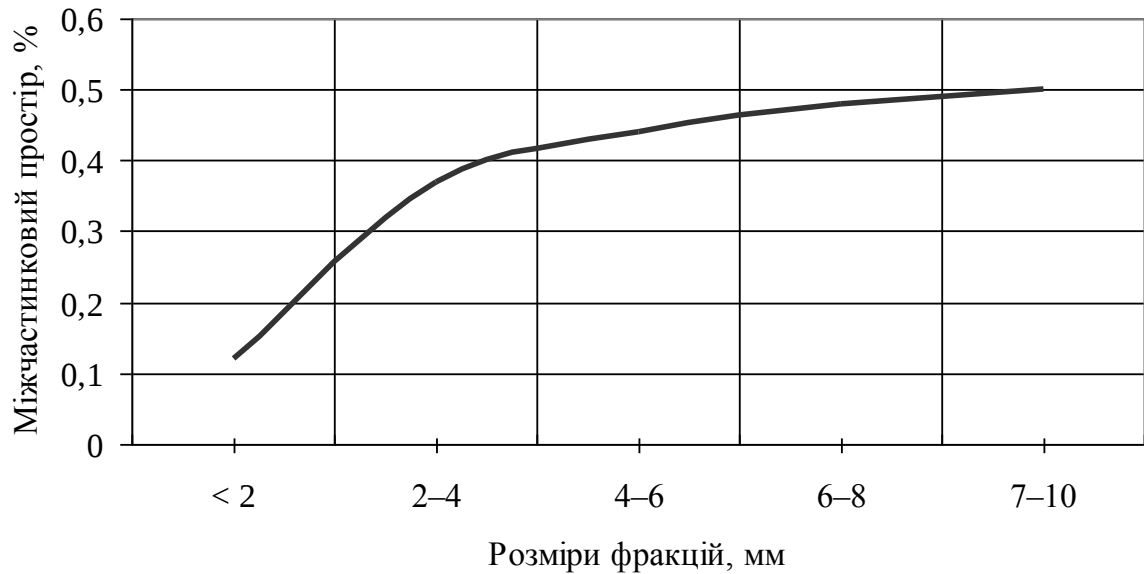


Рис. 4.10. Зміна об'ємної частки повітряного простору між частинками досліджуваного сирового коксового дріб'язку

Таблиця 4.7. Гранулометричний склад сирового 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

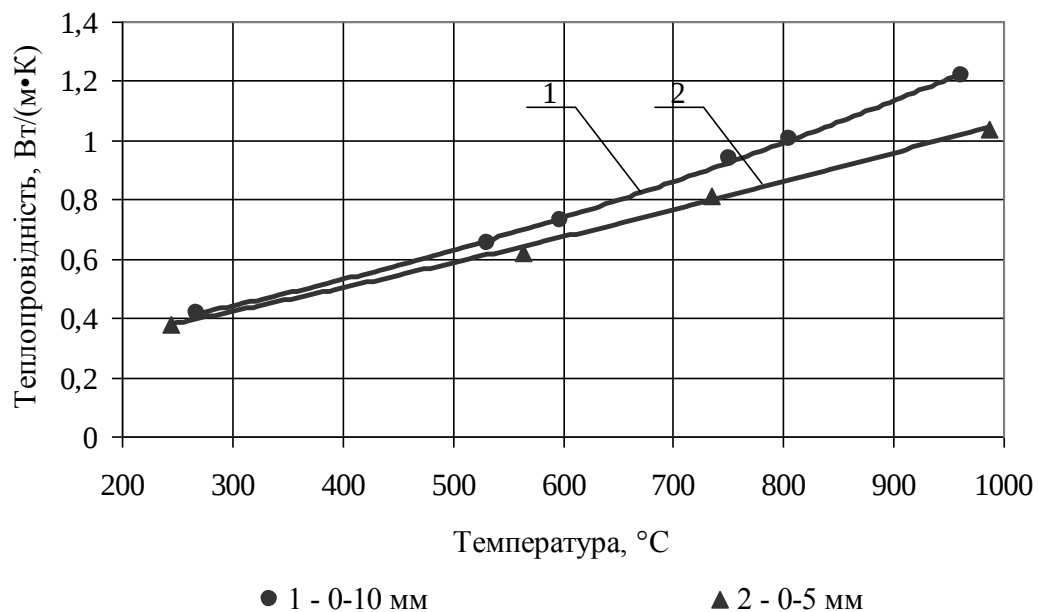


Рис. 4.11. Коефіцієнт теплопровідності сирового коксу 0–5 мм та 0–10 мм

Графітований коксовий дріб'язок являє собою матеріал сирового коксового дріб'язку, що пройшов високотемпературну обробку (вище 2300 °C). Вимірювання коефіцієнта теплопровідності графітованого коксового дріб'язку проведені для фракцій 0–2 мм, 2–4 мм, 4–6 мм, 6–8 мм [103].

На графіках (рис. 4.12) представлені 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 біля 950 °С найбільше значення коефіцієнта теплопровідності належить фракції 6–8 мм і становить 3,05 Вт/(м·К), найменше значення коефіцієнта теплопровідності у фракції 0–2 мм – 0,95 Вт/(м·К). Фракція 0–2 мм містить значну частину порошкового матеріалу – менше 0,5 мм складає майже 54 % (табл. 4.8).

Таблиця 4.8. 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

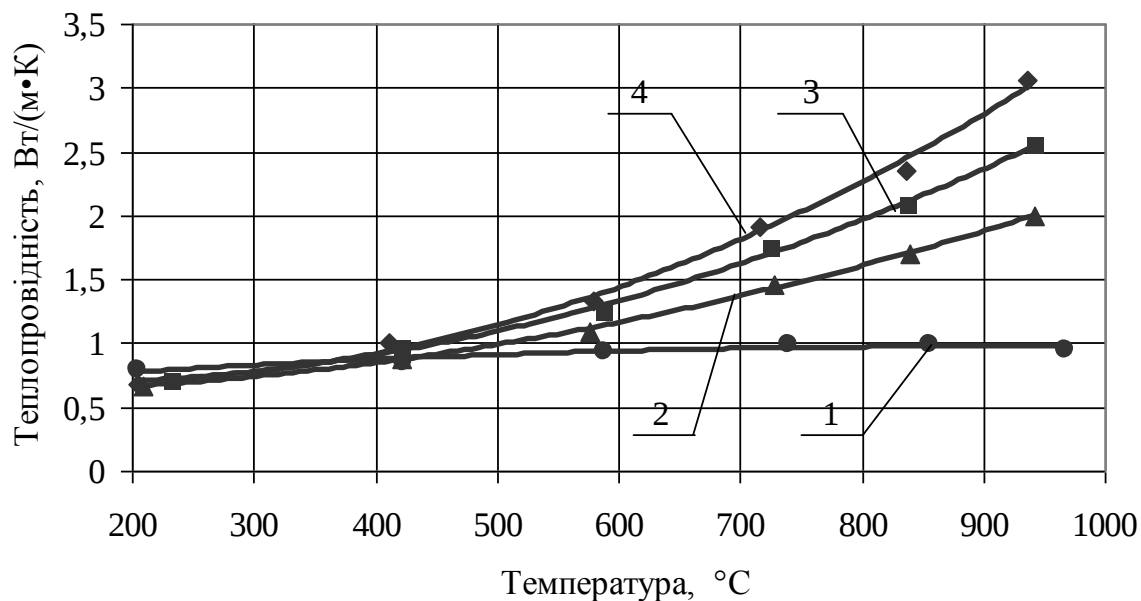
Залежність коефіцієнта теплопровідності графітованого матеріалу фракцією 0–2 мм за температури 600–1000 °С вимагає додаткового дослідження для різної насипної густини 600–750 кг/м³ (рис. 4.13). Найбільш низький коефіцієнт теплопровідності зі значенням 0,69 Вт/(м·К) спостерігається за насипної густини 600 кг/м³ і температури 215 °С. Подальше ущільнення до 750 кг/м³ спричинює зростання коефіцієнта теплопровідності сипучого матеріалу до значення 0,92 Вт/(м·К). Для матеріалу з насипною густиною 730 кг/м³ та 750 кг/м³ отримані криві коефіцієнта теплопровідності для діапазону температури до 850 °С, оскільки за вищої температури спостерігалися викиди точок у сторону нижчих значень коефіцієнта теплопровідності. Найвище значення коефіцієнта теплопровідності у графітованого матеріалу за насипної густини 750 кг/м³ і становить 1,16 Вт/(м·К) для 850 °С.

Криві на рис. 4.13 зі збільшенням насипної густини мають зміщений характер у сторону збільшення коефіцієнта теплопровідності, що можна пояснити зменшенням термічного опору між частинками графітованого коксового дріб'язку за рахунок збільшення кількості нових контактів між ними внаслідок ущільнення. Криві розміщені майже еквідистантно, тому можна вважати, що радіаційна складова коефіцієнта теплопровідності майже відсутня і зміна коефіцієнта теплопровідності визначається в основному механізмом переносу енергії власне матеріалу.

В результаті проведення досліду для насипної густини 520 кг/м³ (вільна засипка) фракції 6–8 мм графітованого коксового дріб'язку отримана крива (рис. 4.14, крива 1), яка за високої температури має зміщений характер у сторону вищого коефіцієнта теплопровідності.

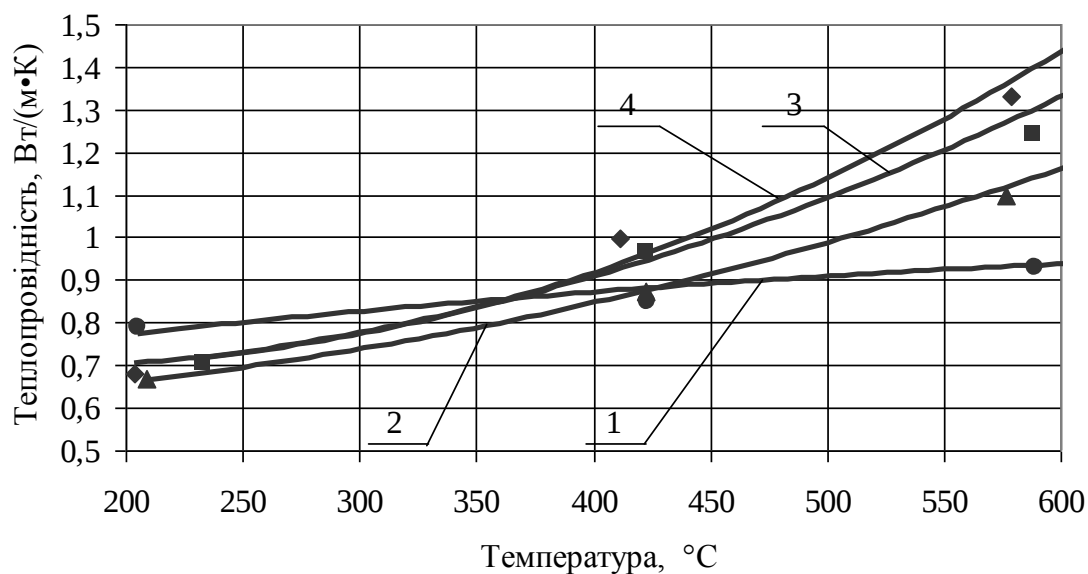
За температури 204 °С та 210 °С і насипній густині 520 кг/м³ та 560 кг/м³ коефіцієнт теплопровідності коксового дріб'язку майже однаковий і становить 0,68 Вт/(м·К) та 0,69 Вт/(м·К), відповідно. Ущільнення засипки графітованого

кокового дріб'язку фракцією 6–8 мм характеризується зміною значення коефіцієнта теплопровідності для 940 °С від 3,28 Вт/(м·К) до 3,05 Вт/(м·К).



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

a



- 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. 4.12. Коефіцієнт теплопровідності графітованого коксу для різних фракцій:
a – інтервал 200–1000 °С; *б* – інтервал 200–600 °С

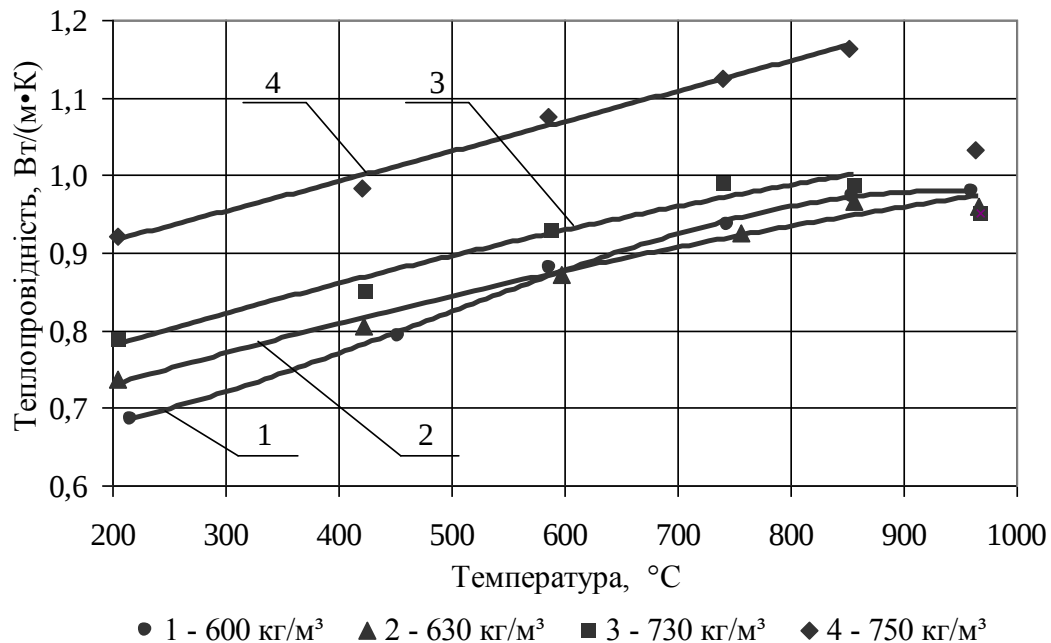


Рис. 4.13. Коефіцієнт теплопровідності графітованого коксового дріб'язку фракцією менше 2 мм різної насипної густини

Слід також відзначити, що на рис. 4.13 та 4.14 зі збільшенням насипної густини проявляються різні механізми теплопровідності. У разі ущільнення фракції 0–2 мм відбувається ріст коефіцієнта теплопровідності в основному за рахунок збільшення кількості контактів між частинками, оскільки дрібна фракція характеризується найкращим укладанням. Зменшення зазорів між частинками зменшує радіаційну складову коефіцієнта теплопровідності. Зростання насипної густини матеріалу з фракцією 6–8 мм призводить до зменшення коефіцієнта ефективної теплопровідності, що зв'язано з незначним збільшенням кількості контактів між частинками поряд з визначальним зменшенням міжчастинкового простору. Як видно з рис. 4.14, зростання насипної густини матеріалу фракцією 6–8 мм приводить до зменшення в ньому радіаційної складової коефіцієнта теплопровідності за рахунок ущільнення сипучого матеріалу, що помітно особливо для високого значення температури.

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

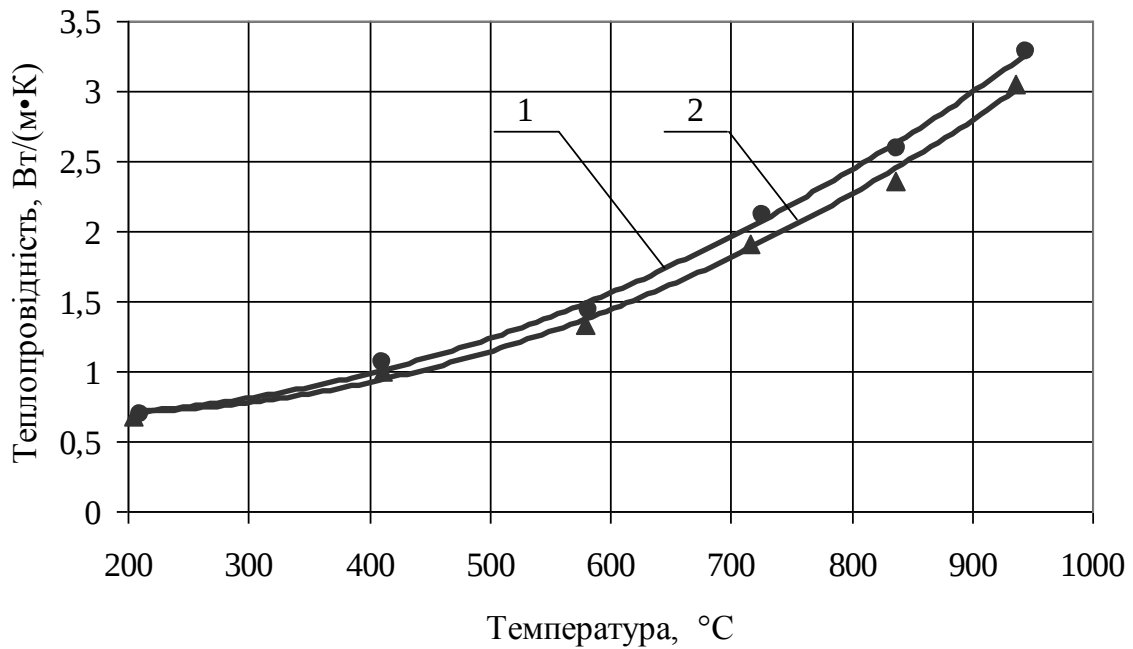


Рис. 4.14. Коефіцієнт теплопровідності графітованого коксового дріб'язку фракцією 6–8 мм насипною густиною 520 кг/м³ та 560 кг/м³

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

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

$$\lambda = 0,458 - 3,52 \cdot 10^{-4} t - 0,063d + 2,08 \cdot 10^{-4} td + 6,08 \cdot 10^{-7} t^2; \quad (4.2)$$

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

$$\lambda = 1,348 - 2,18 \cdot 10^{-3} t - 0,165d + 4,8 \cdot 10^{-4} td + 2 \cdot 10^{-6} t^2; \quad (4.3)$$

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

$$\lambda = 0,756 - 9,9 \cdot 10^{-4} t - 0,114d - 5,2 \cdot 10^{-4} g + 6,7 \cdot 10^{-7} t^2 + 3 \cdot 10^{-4} td + 9,9 \cdot 10^{-6} tg, \quad (4.4)$$

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

При цьому відносна похибка рівняння регресії не перевищує 20 % для всього діапазону задаваних величин.

4.2. Дослідження питомого електричного опору вуглецевих матеріалів

4.2.1. Особливості вимірювання питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів

У вуглецевих сипучих електропровідних матеріалах питомий електричний опір значною мірою визначається контактами між частинками [86]. Саме ця особливість представляє значну складність вимірювання ПЕО сипучих вуглецевих матеріалів. Тиск помітно впливає на електричні властивості зернистих та порошкових систем [4]. Проведені вимірювання демонструють залежність питомого електричного опору кам'яновугільного коксу від прикладеного тиску для гранулометричної фракції менше 10 мм (див. табл. 4.1) за кімнатної температури (рис. 4.15).

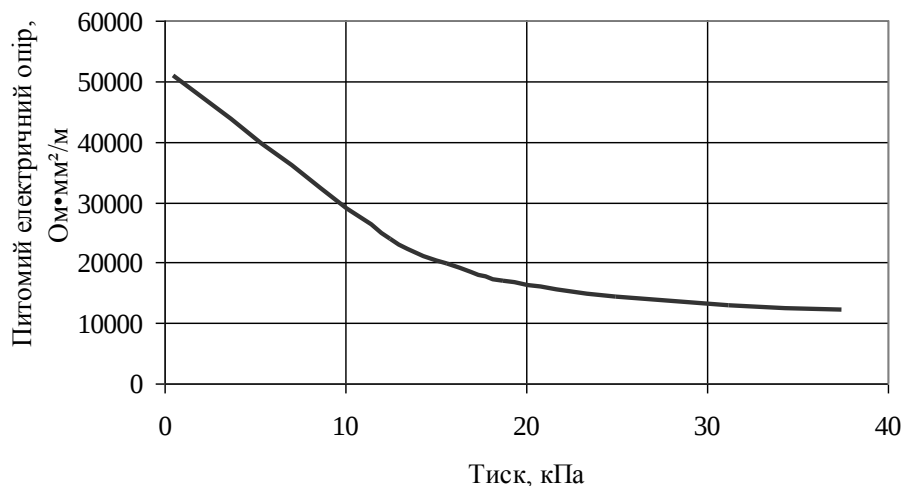


Рис. 4.15. Графік залежності питомого електричного опору кам'яновугільного коксу від прикладеного тиску

В умовах підвищення тиску до 37 кПа питомий електричний опір коксу зменшується від 50000 до 13000 Ом·мм²/м і асимптотично прямує до сталого значення. Такий характер кривої (див. рис. 4.15) можна пояснити ущільненням зернистих та порошкових частинок. Під час збільшення тиску контакт між частинками починає деформуватися і в контакт вступають інші ділянки поверхонь частинок, що приводить до збільшення площі контакту та зменшення його електричного опору [104].

Дослідження впливу тиску і температури на ПЕО (рис. 4.16, 4.17) для термообробленого коксу (після нагрівання до 800 °С) проведені на фракції матеріалу 4–6 мм.

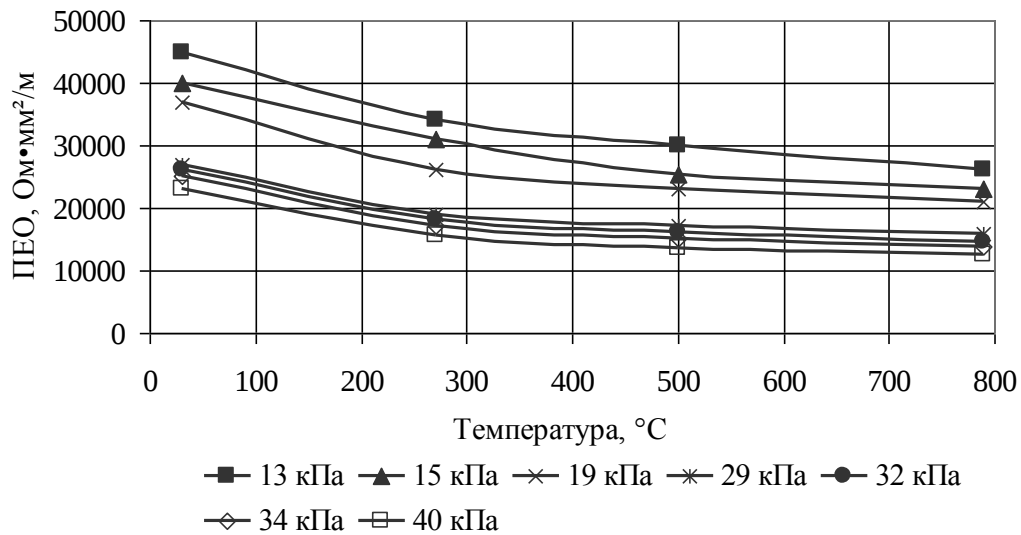


Рис. 4.16. ПЕО коксу фракції 4–6 мм за різного тиску

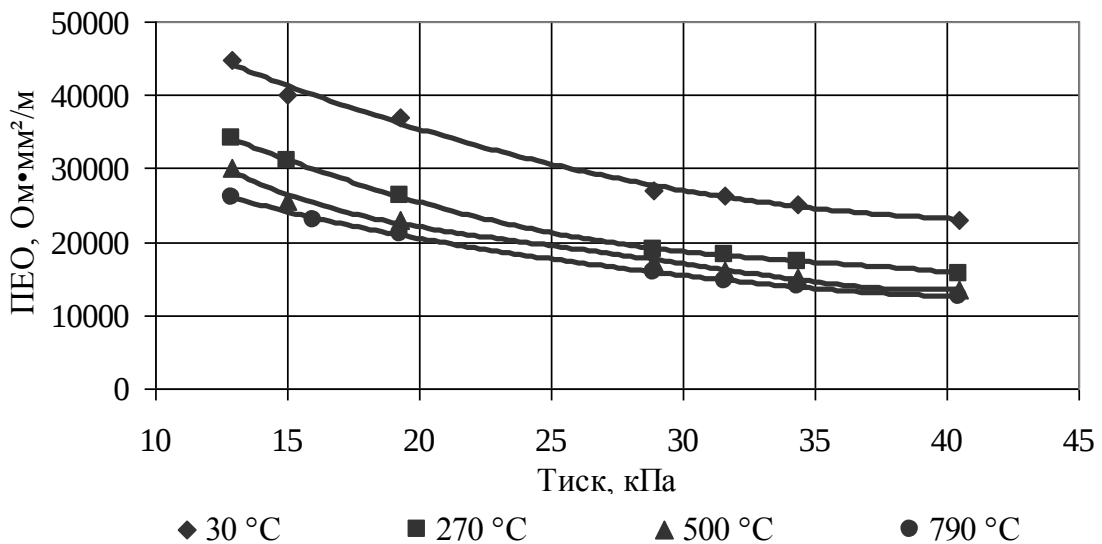


Рис. 4.17. Залежність ПЕО коксу фракції 4–6 мм від тиску та температури для температурного діапазону 30–800 °С та тиску 13–40 кПа

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 степеню

$$k_p = 1,454 - 0,001t - 0,0435p + 5,649 \cdot 10^{-7} t^2 + 8,441 \cdot 10^{-6} tp + 0,0005p^2. \quad (4.5)$$

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 і температури з відхиленням від експериментальних значень не більше 20 %.

Відтворюваність результатів вимірювання визначена на основі нагрівання сирого коксового дріб'язку. Результати трьох серій вимірів для одного складу матеріалу (див. табл. 4.2) приведені на рис. 4.18. Серія дослідів показала відтворюваність результатів вимірювання ПЕО коксу на рівні 6 %.

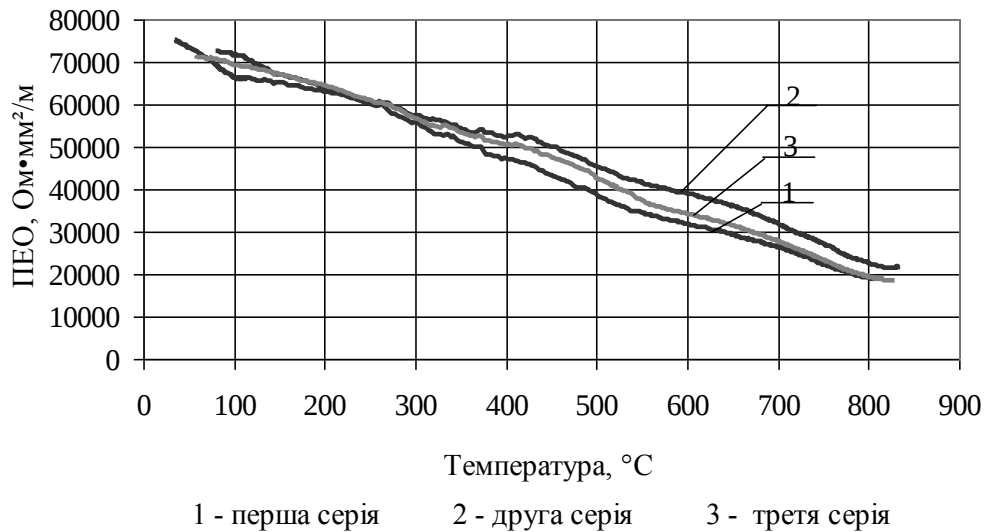


Рис. 4.18. Серія вимірів ПЕО сирого коксового дріб'язку

Результати вимірювання ПЕО багатокомпонентної шихти у діапазоні температури до 1000 °С наведені на графіку (рис. 4.19). Загальна характеристика досліджуваної багатокомпонентної шихти наведена у підрозділі 4.1 (табл. 4.3).

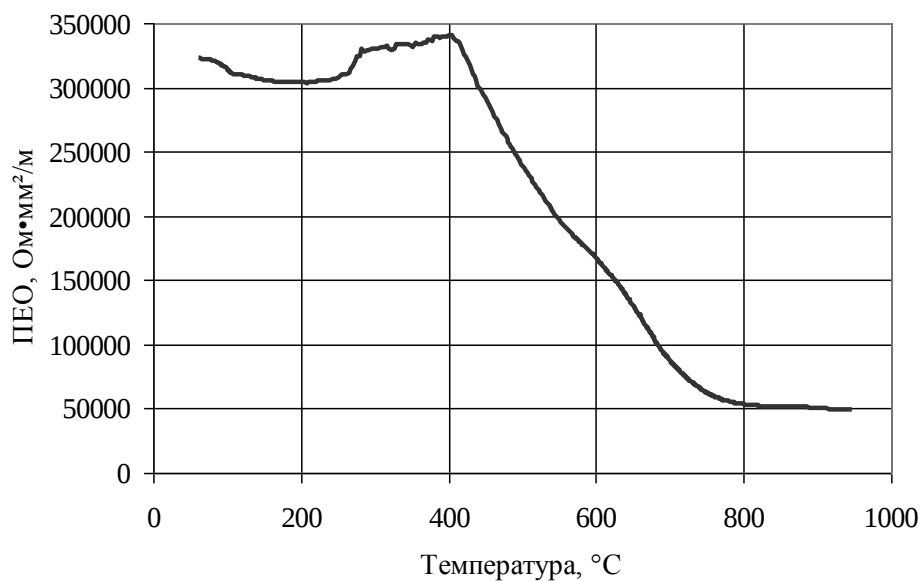


Рис. 4.19. Залежність ПЕО від температури для багатокомпонентної шихти

Із графіка 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 різке зменшення ПЕО до 50 кОм·мм²/м;
- за більш високої температури значення ПЕО майже не змінюються.

Для аналізу отриманих даних на тому ж матеріалі були проведені додаткові вимірювання за умов нагрівання та охолодження матеріалу (рис. 4.20). На графіках (див. рис. 4.19, 4.20) на температурному відрізку 250–400 °С спостерігається збільшення ПЕО, що зв'язано з виходом летучих та піролізом, що призводить до збільшення електричного опору між частинками. Під час охолодження матеріалу отримані значення ПЕО (див. рис. 4.20), значно нижчі, ніж під час нагрівання. У разі повторного нагрівання значення ПЕО спочатку зростають, а потім починають знижуватися, наближаючись до кривої первинного нагрівання. За температури 550 °С криві ПЕО для багатокомпонентної шихти для першого та повторного нагрівання перетинаються і далі йдуть еквідистантно. За температури вищої 600 °С у разі повторного нагрівання значення ПЕО майже на 25 кОм·мм²/м (15 %) більше за попереднє значення.

Вимірювання, проведені на коксовому дріб'язку (табл. 4.2) із циклічним нагріванням та охолодженням вимірювальної комірки, дали результати з подібним характером, як у багатокомпонентної шихти (рис. 4.21).

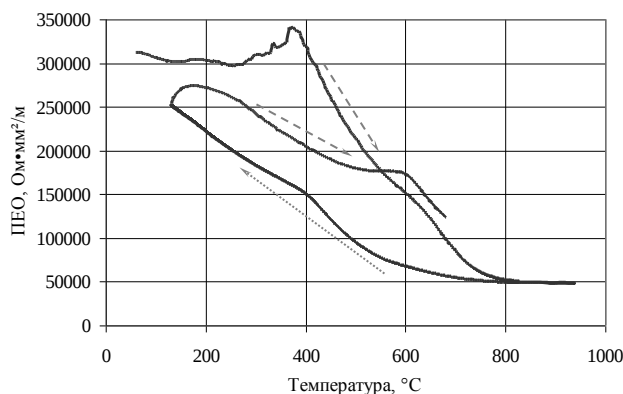


Рис. 4.20. ПЕО багатокомпонентної шихти у циклі нагрівання–охолодження–нагрівання

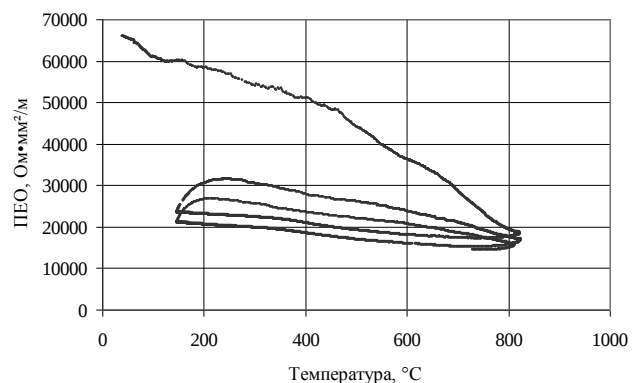


Рис. 4.21. ПЕО коксового дріб'язку у циклі нагрівання–охолодження–нагрівання

Як видно із графіків (див. рис. 4.20 і 4.21), під час нагрівання та охолодження матеріалу спостерігається гістерезис. Значення ПЕО під час нагрівання вищі, ніж для охолодження і для першого нагрівання значення ПЕО вищі, ніж для наступних. Це зв'язано з ущільненням матеріалу, що підтверджується зменшенням його об'єму у вимірювальній комірці на 6 %.

Водночас слід відзначити залишкове підвищення електропровідності досліджуваного матеріалу з кожним наступним високотемпературним нагрівом.

4.2.2. Дослідження ПЕО сумішей сирого та графітованого коксу

Для дослідження питомого електричного опору вибрані матеріали, які представляють значний практичний інтерес для технологічних процесів у печах графітування в якості високотемпературної теплоізоляції: коксовий дріб'язок, багатокомпонентна теплоізоляційна шихта [93, 105, 106].

Питомий електричний опір сипучих вуглецевих матеріалів впливає на рівномірність розподілу температури та електричного струму у печі графітування, що в свою чергу впливає на якість одержуваної продукції. Це викликає 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 °C [107].

Вимірювання питомого електричного опору вуглецевих матеріалів проведено під тиском 27 кПа, що відповідає технологічним умовам у печах графітування. На рис. 4.22 та 4.23 представлені 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.

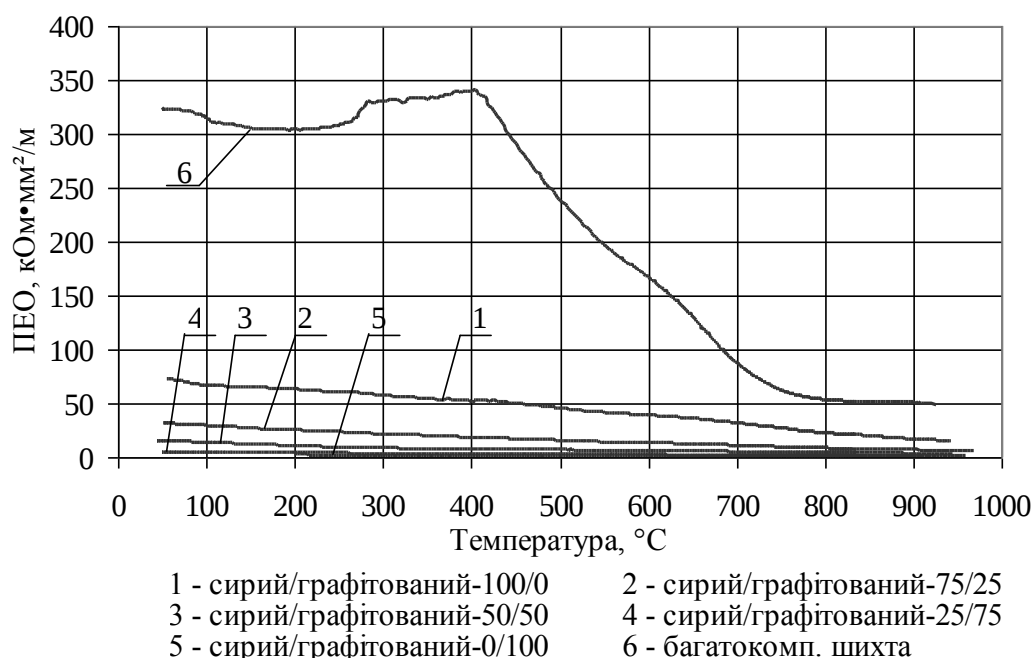


Рис. 4.22. Зведені графіки результатів вимірювання ПЕО однокомпонентної шихти та багатокомпонентної теплоізоляційної шихти

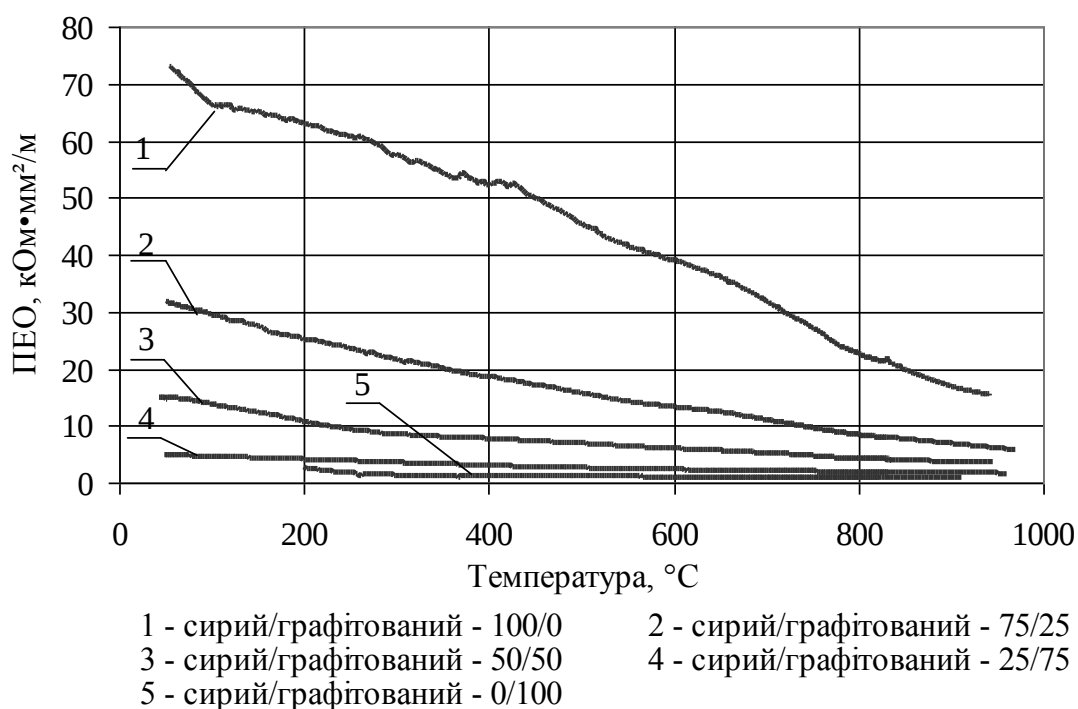


Рис. 4.23. Зведені графіки результатів вимірювання ПЕО однокомпонентної шихти різних співвідношень сирового та графітованого коксового дріб'язку

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 за температури 900 °С стає менше 17 кОм·мм²/м. У температурному діапазоні від 100 до 650 °С залежність ПЕО від температури добре описується прямою, але за температури вище 650 °С апроксимуюча крива набуває асимптотичного характеру. Описана тенденція зберігається для усіх сумішей однокомпонентної шихти.

Наявність в однокомпонентній шихті 25 % графітованого коксового дріб'язку (суміш сирового та графітованого коксу – 75:25) знижує значення ПЕО у 2,1–3 рази на всьому досліджуваному температурному діапазоні. За температури вище 900 °С значення ПЕО стають меншими 7 кОм·мм²/м. Кожне збільшення частки графітованого коксового дріб'язку на 25 % призводить до зменшення ПЕО однокомпонентної шихти у 2–3 рази [108].

Характер отриманих кривих обумовлений неперервним ущільненням гранул матеріалу в процесі нагрівання внаслідок переукладання частинок, викликаного 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 сипучих вуглецевих матеріалів на всьому досліджуваному температурному

діапазоні. Температурна залежність питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів визначається, в основному, збільшенням істинної площі контакту частинок під час нагрівання.

4.2.3. Дослідження ПЕО сирого та графітованого коксу різних фракцій

Проведені досліди на сирому та графітованому кам'яновугільному коксі фракційним складом 0–2 мм, 2–4 мм, 4–6 мм, 6–8 мм дають можливість оцінити вплив розміру частинок на питомий електричний опір у залежності від температури.

З результатів вимірювань видно (рис. 4.24), що за кімнатної температури найвищий питомий електричний опір має сирий коксовий дріб'язок розміром частинок 0–2 мм і становить $700 \text{ кОм} \cdot \text{мм}^2/\text{м}$, а найменший – $48 \text{ кОм} \cdot \text{мм}^2/\text{м}$ у фракції 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.

Найбільші значення питомого електричного опору мають порошкоподібні системи з великою кількістю міжчастинкових контактів, що характерно для фракції 0–2 мм. У разі зростання 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 криві отриманих результатів досліджуваного матеріалу набувають більш пологого характеру [109].

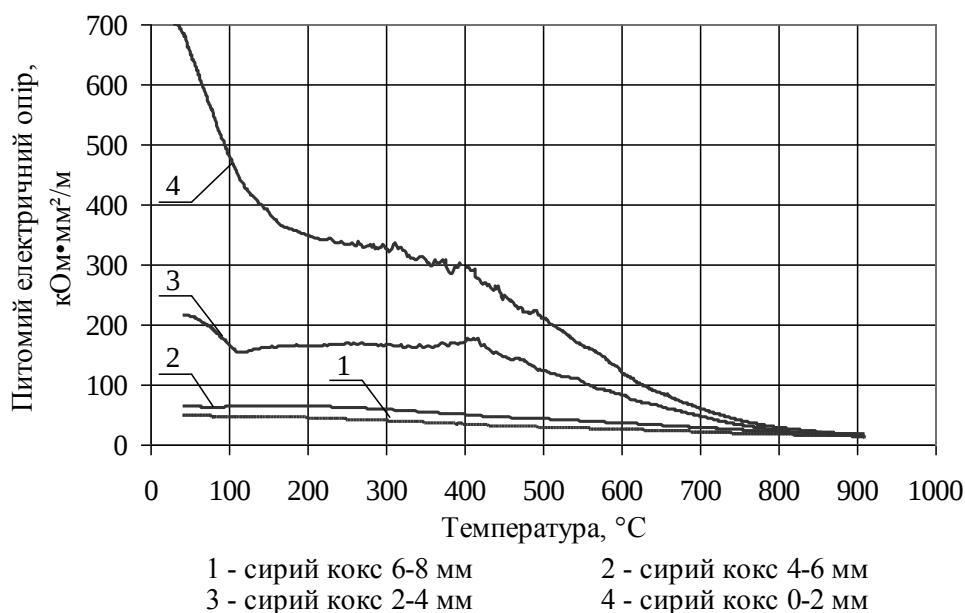


Рис. 4.24. Температурна залежність ПЕО сирого коксу різного фракційного складу

Вимірювання ПЕО графітованого коксового дріб'язку проведені у температурному діапазоні до 900 °С. Отримані графіки температурних залежностей ПЕО для різних фракцій приведені на рис. 4.25.

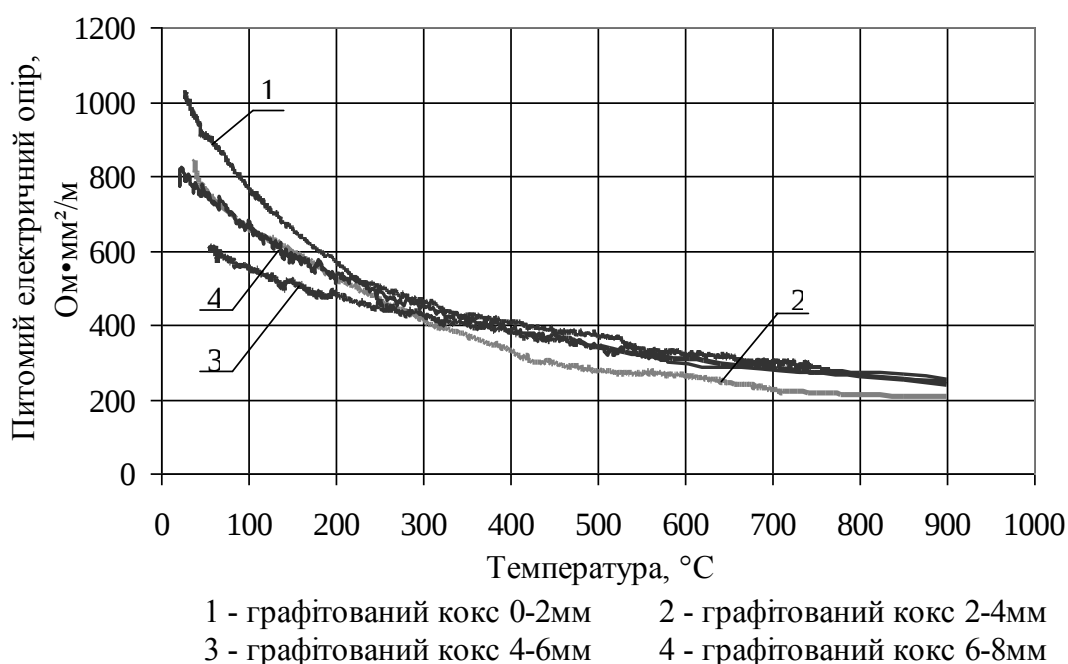


Рис. 4.25. Температурна залежність питомого електричного опору графітованого коксового дріб'язку різного фракційного складу

Результати вимірювань показують, що за температури 50 °С значення ПЕО зменшуються від 900 Ом·мм²/м до 600 Ом·мм²/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. Під час нагрівання матеріалу до 900 °С значення ПЕО для усіх фракцій лежить в межах 205–260 Ом·мм²/м, причому найнижче значення відповідає фракції 2–4 мм. Графітований кокс має високу електропровідність за рахунок структури матеріалу, тому отримані криві ПЕО перетинаються між собою і знаходяться в межах похибки вимірювання.

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

Важливість встановлення кореляційного зв'язку між коефіцієнтом теплопровідності та питомим електричним опором полягає у 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 в основному обумовлені рухом вільних електронів. Закон Відемана-Франца встановлює для металів відношення коефіцієнта теплопровідності до електропровідності пропорційно температурі [110, 111]. Пропорційність цього відношення термодинамічній температурі встановлюється за рахунок коефіцієнта 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 [96, 112, 113] кореляційного зв'язку коефіцієнта теплопровідності і питомого електричного опору як для графіту, так і для аморфних вуглецевих матеріалів. Так на основі значень відношення Відемана-Франца Пауел [112] показав, що кореляційний зв'язок між коефіцієнтами теплопровідності і електропровідності полікристалічного графіту має вигляд

$$\lambda\rho T^{-1} = 0,1229T^{-1,8}, \quad (4.6)$$

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. Під час дослідження зв'язку між коефіцієнтом ефективної теплопровідності і питомим електроопором для сипучого вуглецевого матеріалу варто враховувати, що крім решіткової та електронної теплопровідності, існує контактна складова теплопровідності та електропровідність між частинками матеріалу, і радіаційна складова коефіцієнта теплопровідності у просторі між гранулами. На графіку (рис. 4.26) зіставлені температурні залежності коефіцієнта теплопровідності і електропровідності для графітованого коксу, що показує близький характер механізмів теплопровідності та електропровідності.

Добуток $\lambda\rho$ сипучого вуглецевого матеріалу значним чином повинен визначатися не тільки температурою, але й розміром частинок матеріалу. Вимірювання значень питомого електроопору і коефіцієнта ефективної теплопровідності були проведені для відповідної насипної густині сирого і графітованого коксу на розроблених установках у температурному діапазоні 100–1000 °С. У якості дослідного матеріалу використано коксовий дріб'язок: сирий та графітований. Фракційний склад досліджуваного сипучого матеріалу характеризується розмірами гранул: 0–2 мм, 2–4 мм, 4–6 мм, 6–8 мм.

Апроксимовані результати вимірювання коефіцієнта теплопровідності сирого і графітованого коксового дріб'язку представлені на графіках (рис. 4.27, 4.28).

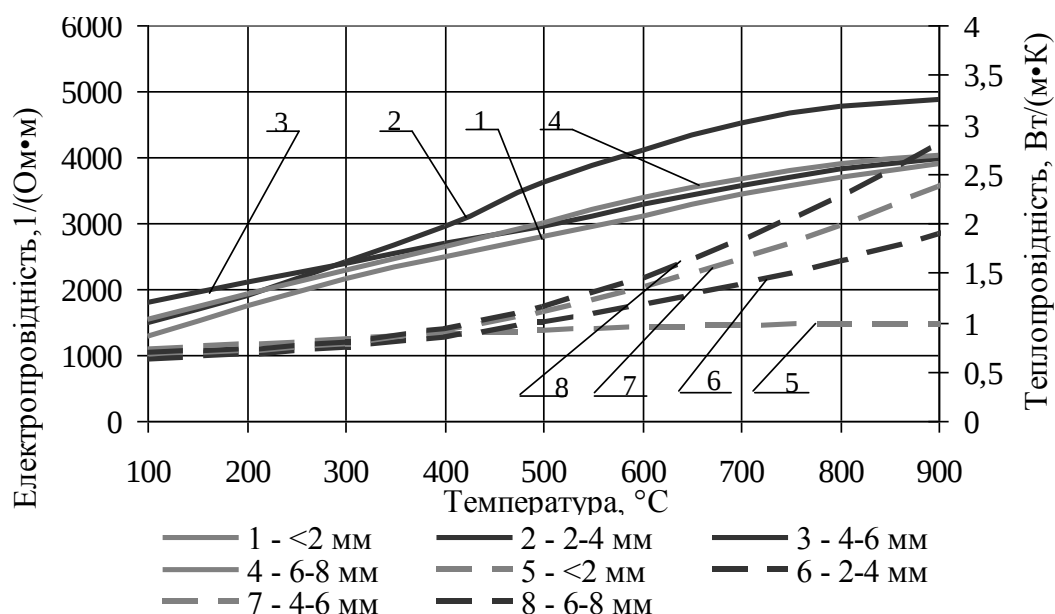


Рис. 4.26. Температурна залежність електропровідності (1–4) та коефіцієнта теплопровідності (5–8) графітованого коксового дріб'язку різного фракційного складу

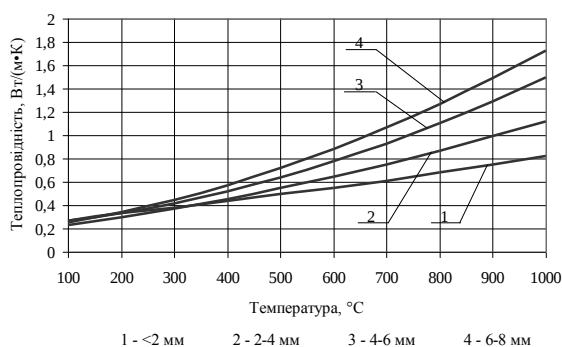


Рис. 4.27. Коефіцієнт теплопровідності сирого коксового дріб'язку

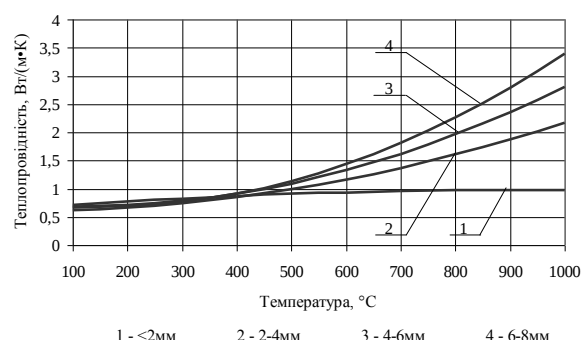


Рис. 4.28. Коефіцієнт теплопровідності графітованого коксового дріб'язку

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 найменший коефіцієнт теплопровідності відповідає фракції 0–2 мм зі значенням 0,97 Вт/(м·К), а найбільший – фракції 6–8 мм зі значенням 3,39 Вт/(м·К).

Апроксимовані результати вимірювань питомого електроопору сирого і графітованого коксового дріб'язку наведені на рис. 4.29 і 4.30.

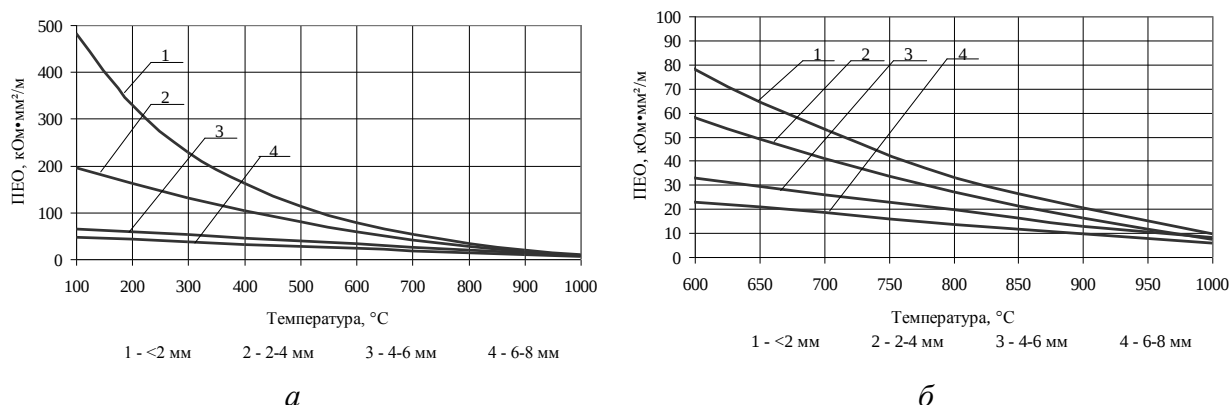


Рис. 4.29. Питомий електричний опір сирого коксового дріб'язку

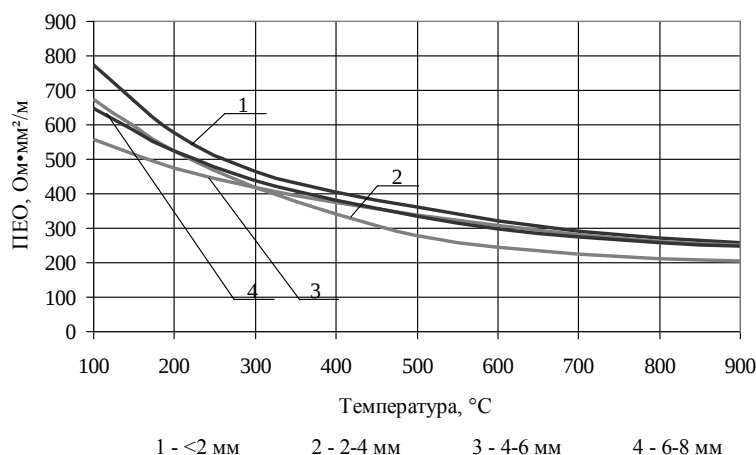


Рис. 4.30. Питомий електричний опір графітованого коксового дріб'язку

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 кОм·мм²/м, а найменше відповідає фракції 6–8 мм зі значенням 47,2 кОм·мм²/м. З ростом температури криві питомого електричного опору для всіх фракцій набувають асимптотичного характеру. За температури 1000 °С значення ПЕО рівні 5,7 кОм·мм²/м і 9,6 кОм·мм²/м для фракцій 6–8 мм і 0–2 мм, відповідно. Питомий електричний опір графітованого коксового дріб'язку різних фракцій має подібний сирому коксовому дріб'язку характер зміни з ростом температури. Найбільше значення ПЕО за температури 100 °С належить фракції менше 2 мм і становить 774 Ом·мм²/м, а найменше значення у фракції 4–6 мм – 557 Ом·мм²/м. За температури 900 °С питомий

електричний опір різних фракцій лежить у діапазоні від $205 \text{ Ом} \cdot \text{мм}^2/\text{м}$ до $257 \text{ Ом} \cdot \text{мм}^2/\text{м}$.

З метою встановлення зв'язку між коефіцієнтом теплопровідності і питомим електричним опором отримано добутки $\lambda\rho$ для різних фракцій сирого і графітованого коксу та у вигляді графіків температурної залежності представлені на рис. 4.31 і 4.32.

Аналізуючи вище приведені графіки (див. рис. 4.31 і 4.32), для сирого коксового дріб'язку в діапазоні температури $100\text{--}1000^\circ\text{C}$ спостерігається зменшення значення $\lambda\rho$ від $0,13 \text{ Вт}/(\text{м} \cdot \text{К}) \cdot \text{Ом} \cdot \text{м}$ до $0,008 \text{ Вт}/(\text{м} \cdot \text{К}) \cdot \text{Ом} \cdot \text{м}$. Графітований коксовий дріб'язок у діапазоні температури $100\text{--}900^\circ\text{C}$ має значення $2,7 \cdot 10^{-4}\text{--}7 \cdot 10^{-4} \text{ Вт}/(\text{м} \cdot \text{К}) \cdot \text{Ом} \cdot \text{м}$. У сирого коксового дріб'язку крива температурної залежності значення $\lambda\rho$ має опуклість, при цьому в графітованого матеріалу – увігнутість. Слід 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.

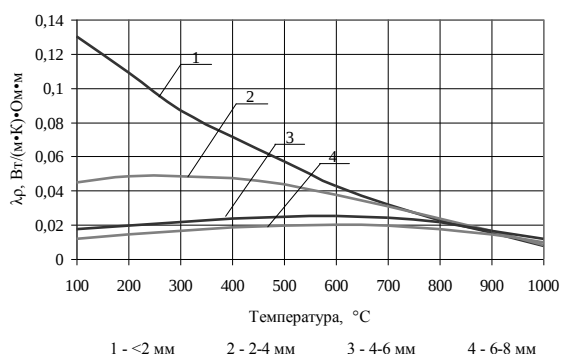


Рис. 4.31. Графіки кореляційної залежності між ПЕО і коефіцієнтом теплопровідності для різних фракцій сирого коксу

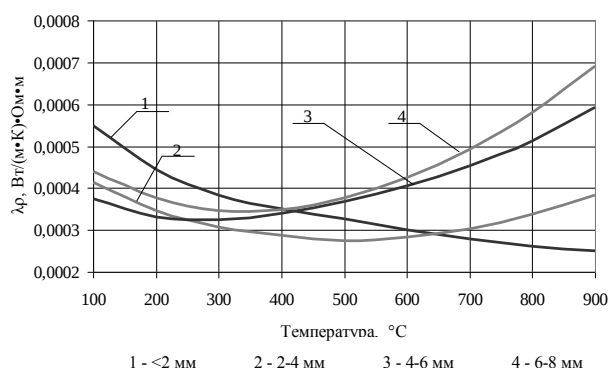


Рис. 4.32. Графіки кореляційної залежності між ПЕО і коефіцієнтом теплопровідності для різних фракцій графітованого коксу

Аналізуючи характер зміни коефіцієнта теплопровідності і питомого електричного опору від температури, можна визначити внесок складових добуток $\lambda\rho$. Коефіцієнт теплопровідності сирого вуглецевого матеріалу в діапазоні температури $100\text{--}1000^\circ\text{C}$ збільшується майже у 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 у температурному діапазоні $100\text{--}900^\circ\text{C}$ коефіцієнт теплопровідності збільшується в 6 разів, а питомий електричний опір зменшується майже у 2,5 рази. Таким чином, порядок значення зміни коефіцієнта теплопровідності і питомого електричного опору графітованого

кокового дріб'язку майже однаковий, що говорить про однаковий визначальний вплив на характер кривої λ_p .

Узагальнюючи залежності із графіків (див. рис. 4.31 та 4.32), за допомогою трьохрівневого повнофакторного планування експерименту одержані кореляційні емпіричні рівняння поверхонь λ_p , що визначаються параметрами температури (t , °C) і розмірами гранул матеріалу (d , мм), причому кореляційний зв'язок є таким, що вимагає врахування взаємодії між вище перерахованими параметрами (рис. 4.33, 4.34).

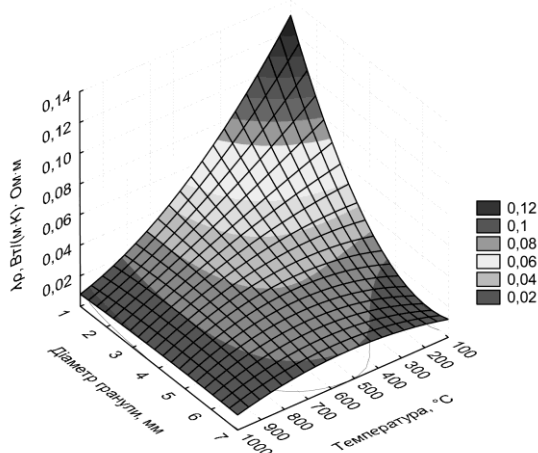


Рис. 4.33. Кореляційна залежність між ПЕО і коефіцієнтом теплопровідності для різних фракцій сирого коксу

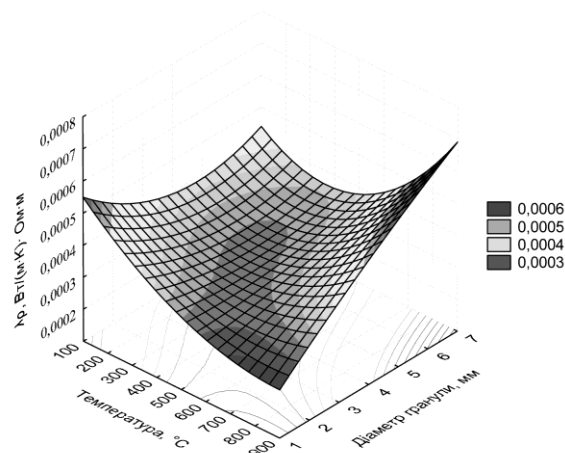


Рис. 4.34. Кореляційна залежність між ПЕО і коефіцієнтом теплопровідності для різних фракцій графітованого коксу

Відхилення результатів використовуваних кореляційних залежностей не перевищує 20 % (середнє значення відхилення не перевищує 6 %) та представлені у додатку Е. Значення λ_p описується поліномами другого степеню для кожної фракції сипучого 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

$$\lambda_p = 0,219 - 3,95 \cdot 10^{-4}t + 1,83 \cdot 10^{-7}t^2 - 7,13 \cdot 10^{-2}d + 5,87 \cdot 10^{-3}d^2 + 1,71 \cdot 10^{-4}td - 1,54 \cdot 10^{-5}td^2 - 9,85 \cdot 10^{-8}t^2d + 9,42 \cdot 10^{-9}t^2d^2; \quad (4.7)$$

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

$$\lambda_p = 7,425 \cdot 10^{-4} - 1 \cdot 10^{-6}t + 3,98 \cdot 10^{-10}t^2 - 1,28 \cdot 10^{-4}d + 1,36 \cdot 10^{-5}d^2 + 1,9 \cdot 10^{-7}td - 2,43 \cdot 10^{-8}td^2 + 5,63 \cdot 10^{-11}t^2d + 7,9 \cdot 10^{-12}t^2d^2. \quad (4.8)$$

Для практичного використання результатів добутку λ_p у табл. 4.9 приведені коефіцієнти рівняння полінома другого порядку

$$\lambda_p = a_0 + a_1t + a_2t^2. \quad (4.9)$$

Таблиця 4.9. Добуток λr 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		$5,06 \cdot 10^{-4}$	$-8,58 \cdot 10^{-7}$	$1,19 \cdot 10^{-9}$

4.4. Застосування результатів вимірювань для числового аналізу теплоелектричного стану печі графітування Ачесона

Процес графітування вуглеграфітових заготовок у промисловості здійснюється в електричних печах опору. Сутність графітування полягає у високотемпературній обробці виробів за високої температури 2500–3000 °C у спеціальних графітувальних печах [93, 114]. Якість готової графітованої продукції визначається як рівнем температури в печі графітування, так і рівномірністю властивостей. Рівномірність температурного поля у печі графітування може бути досягнута шляхом правильного вибору пересипочних і теплоізоляційних матеріалів [105, 115, 116]. Слід зазначити, що використовувана вуглецева теплоізоляційна шихта виконує роль не тільки теплоізолятора, але й активного електричного опору. При цьому до теплоізоляційних матеріалів висувають такі вимоги, як високий електричний опір, низький коефіцієнт теплопровідності і достатня пористість [8].

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 % [117]. 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 [118], що можна уникнути, використовуючи математичне моделювання [119].

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

однокомпонентна шихта на основі коксового дріб'язку підібраного гранскладу. Найкращі властивості з точки зору теплоізоляції та матеріального складу має сирий коксовий дріб'язок фракцією 0–2 мм [120]. Проведемо дослідження впливу на енергоефективність печей графітування застосування у якості 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 приведені на рис. 4.35 і 4.36.

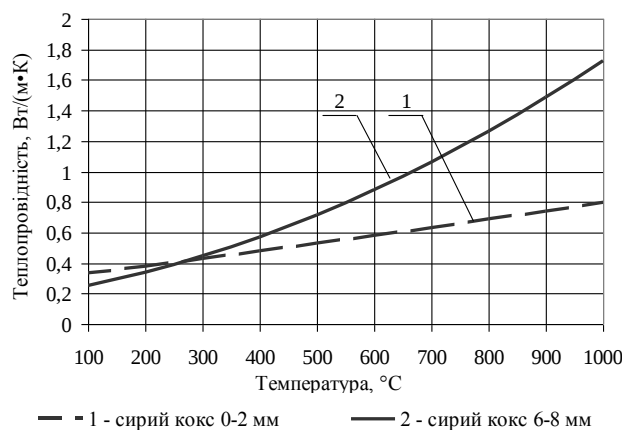


Рис. 4.35. Коефіцієнт теплопровідності сирого коксу різних фракцій

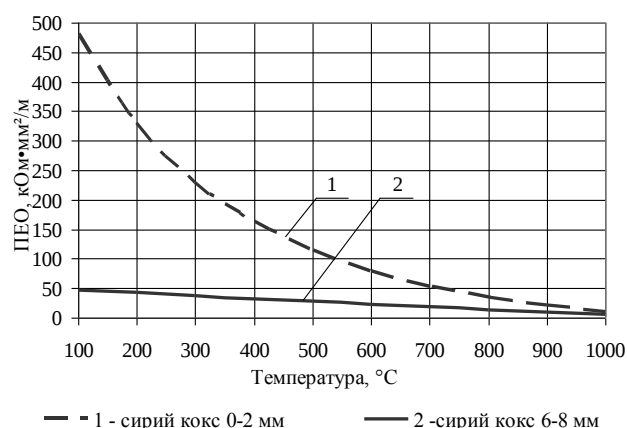


Рис. 4.36. ПЕО сирого коксу різних фракцій

Для адаптації числової моделі і підготовки даних до використання отримані експериментальні дані були оброблені у вигляді поліномів 1–3 ступенів та екстрапольовані до значень температури 3000 °C на підставі внеску променистої складової з використанням формули Чудновського [9]. Для екстраполяції даних коефіцієнта теплопровідності використано усереднений розмір міжчастинкового простору засипки (за фракційним складом) для розрахунків променистої складової коефіцієнта теплопровідності та врахування незворотної структурної зміни вуглецю, що настає після температури 2300 °C. Питомий електричний опір має асимптотичний характер поведінки, кількісна характеристика якого визначається властивостями графітованого матеріалу.

Геометрична модель печі графітування Ачесона із заготовками показана на рис. 4.37 [121]. Для числового аналізу використана математична модель печі графітування Ачесона, що розроблена в НДЦ «Ресурсозберігаючі технології» і яка враховує тепломасоперенесення вологи у сипучих матеріалах та теплоту хімічних реакцій [122].

З метою здійснення порівняння теплових характеристик печі графітування з різною теплоізоляційною шихтою досліджуваний матеріал приймався сухим (відсутня волога). Узагальнені результати розрахунків

теплових характеристик печі Ачесона із заготовками за умови використання у якості теплоізоляційної шихти сирого коксу з розміром фракції 6–8 мм наведені в табл. 4.10.

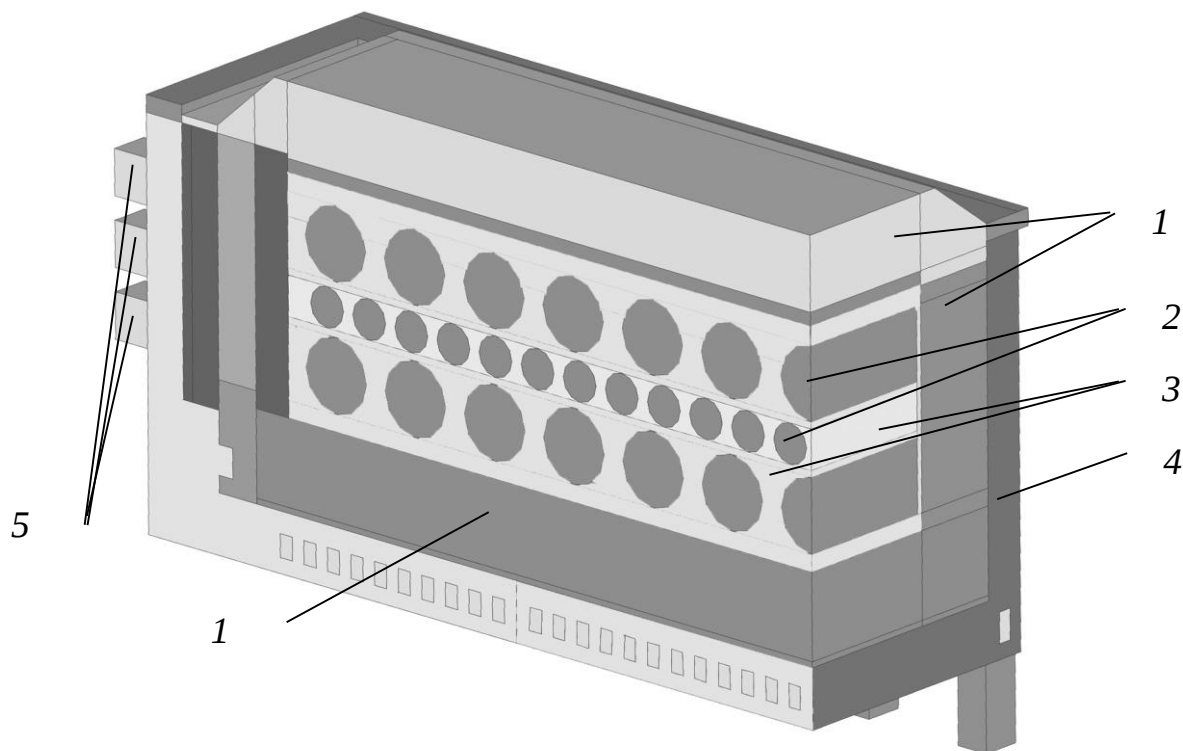


Рис. 4.37. Геометрична модель печі графітування Ачесона: 1 – теплоізоляційна шихта; 2 – заготовки; 3 – пересипка; 4 – футеровка; 5 – електроди

У таблиці використані терміни: 1) «максимум мінімальної температури» – найбільш висока в процесі кампанії температура, вибрана з мінімальних значень температури в об’ємі керна і заготовок кожного ряду; 2) «максимум максимальної температури» – найбільш висока в процесі кампанії температура, вибрана з максимальних значень температури в об’ємі керна і заготовок кожного ряду.

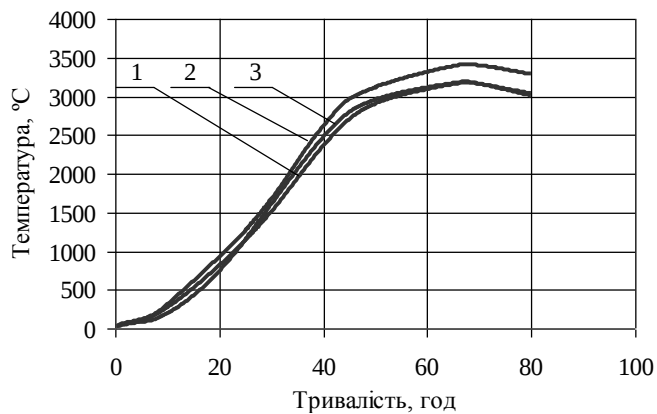
Динамічне змінення параметрів, що характеризують теплову зміну стану печі в процесі кампанії, показано на графіках (рис. 4.38). На даних графіках особлива увага приділена зміні середньої об’ємної, мінімальної, максимальної температури заготовок і керна, а також максимальним осьовим перепадам температури заготовок по рядах у разі використання сирого коксу фракцією 6–8 мм. На кінець кампанії середня об’ємна температура заготовок середнього ряду не перевищує 3417 °С, для першого та третього рядів – на рівні 3183 °С і 3191 °С, відповідно; мінімальна і максимальна температура у 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.

Таблиця 4.10. Результати числового аналізу процесу графітування в печі Ачесона за умови використання теплоізоляційної шихти з сирого коксу фракцією 6–8 мм

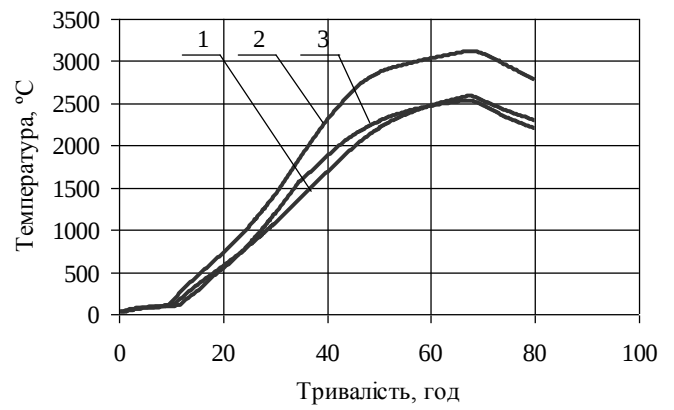
Характеристики	Керн	1-й ряд	2-й ряд	3-й ряд
Тривалість кампанії, год / Вага садки, т	67,25 / 91,92			
Продуктивність, т/год / ПВЕ, кВт·год/т	1,37/6521			
Максимум мінімальної температури $t_{\min.}$, °C	2536	2587	3118	2536
Максимум максимальної температури, $t_{\max.}$, °C	3623	3554	3623	3562
Максимум середньої об'ємної температури $t_{\text{ср.}}$, °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 $t < 900$ °C, К/год	110	110	97	101
Максимальна швидкість росту температури для $t = 900 \dots 1200$ °C, К/год	104	103	83	104
Максимальна швидкість росту температури для $t = 1200 \dots 1700$ °C, К/год	113	100	104	113
Максимальна швидкість росту температури для $t = 1700 \dots 2200$ °C, К/год	117	110	114	117
Максимальна швидкість росту температури для $t = 2200 \dots 2500$ °C, К/год	115	111	114	115
Максимальна швидкість росту температури для $t > 2500$ °C, К/год	103	97	101	103
Швидкість росту мінімальної температури на кінець кампанії, °C/год	8	16	12	8
Витримка при середній об'ємній температурі понад 2500 °C 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/підлога/торець, °C	2002 / 2098 / 1922			
ККД печі, %	33,90			

Узагальнені результати обчислення теплових характеристик печі Ачесона та поміщених в неї заготовок за умови використання у якості теплоізоляції сирого коксового дріб'язку фракцією 0–2 мм наведені в табл. 4.11. Динамічне змінення параметрів, що характеризують теплову зміну стану печі у процесі кампанії, показано на графіках (рис. 4.39).



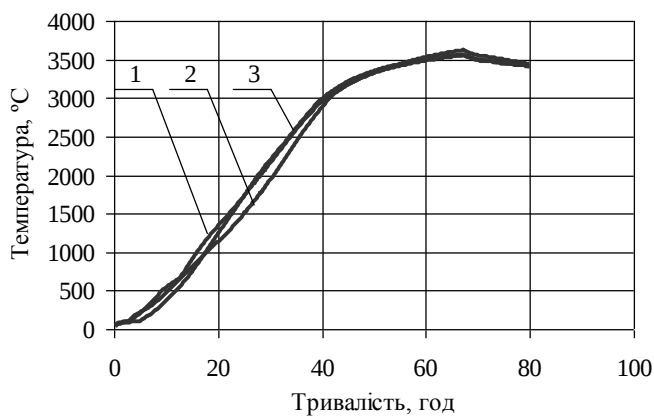
1 - 1-й ряд 2 - 2-й ряд 3 - 3-й ряд

a



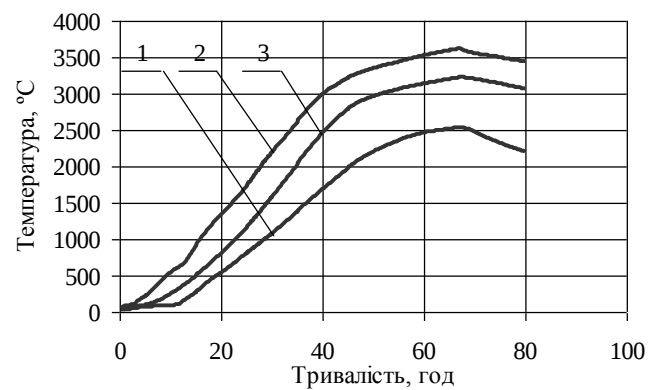
1 - 1-й ряд 2 - 2-й ряд 3 - 3-й ряд

б



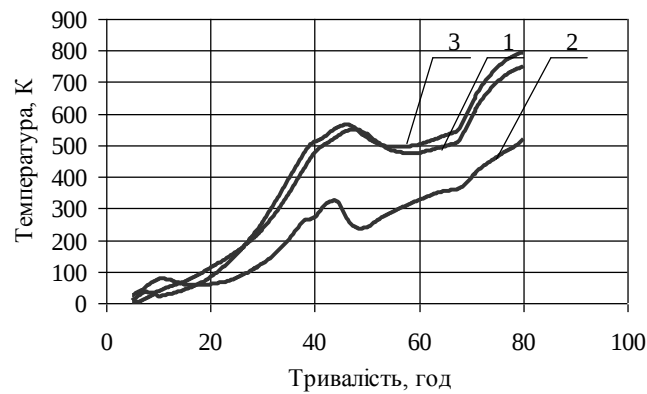
1 - 1-й ряд 2 - 2-й ряд 3 - 3-й ряд

в



1 - min 2 - max 3 - mid

г



1 - 1-й ряд 2 - 2-й ряд 3 - 3-й ряд

д

Рис. 4.38. Графіки зміни температурних технологічних параметрів ядра та заготовок у процесі кампанії у разі використання сирого коксового дріб'язку фракцією 6–8 мм:
a – середня об'ємна температура заготовок рядів; *б* – мінімальна температура заготовок рядів;
в – максимальна температура заготовок рядів; *г* – температура заготовок;
д – максимальний осьовий перепад по рядах

На кінець кампанії середня об'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 та 329 К. Для заготовок середнього ряду осьовий перепад температури становить 223 К.

Таблиця 4.11. Результати числового аналізу процесу графітування в печі Ачесона у разі використання 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 середньої об'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 $t = 900 \dots 1200$ °С, К/год	123	123	85	112
Максимальна швидкість росту температури для $t = 1200 \dots 1700$ °С, К/год	113	100	105	113
Максимальна швидкість росту температури для $t = 1700 \dots 2200$ °С, К/год	115	109	112	115
Максимальна швидкість росту температури для $t = 2200 \dots 2500$ °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 середній об'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 рахунку стіна/підлога/торець, °С	1311/941/1772			
ККД печі, %	35,99			

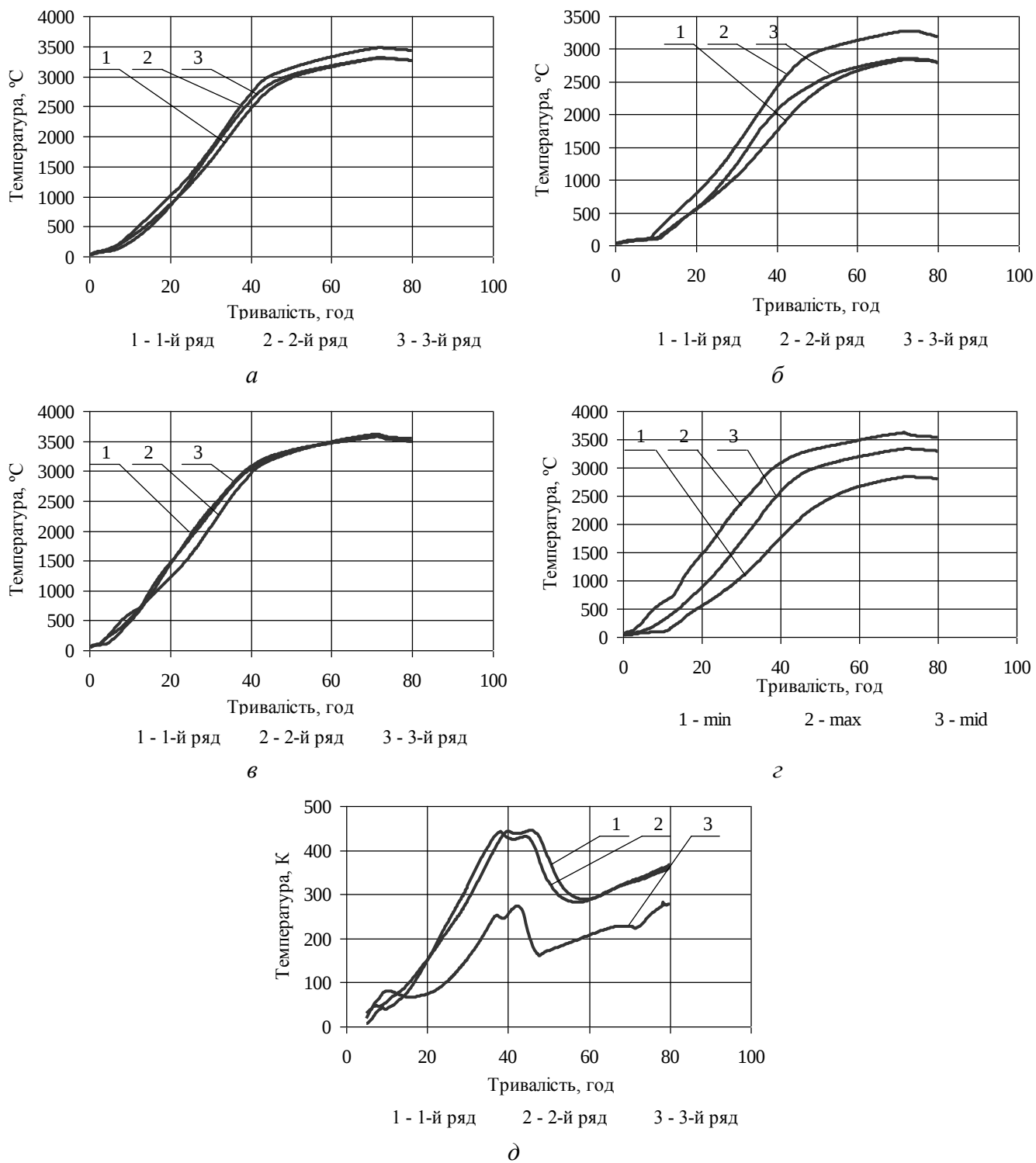


Рис. 4.39. Графіки зміни температурних технологічних параметрів керна та заготовок у процесі кампанії у разі використання сирого коксового дріб'язку фракцією 0–2 мм:
a – середня об'ємна температура заготовок рядів; *б* – мінімальна температура заготовок рядів;
в – максимальна температура заготовок рядів; *г* – температура заготовок;
д – максимальний осьовий перепад по рядах

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

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 % у порівнянні з використанням сирого коксу фракції 6–8 мм. Термограми печей з використанням різної теплоізоляційної шихти представлені на рис. 4.40 та 4.41, на яких видно найбільш рівномірне температурне поле у разі застосування теплоізоляції з сирого коксового дріб'язку фракцією 0–2 мм.

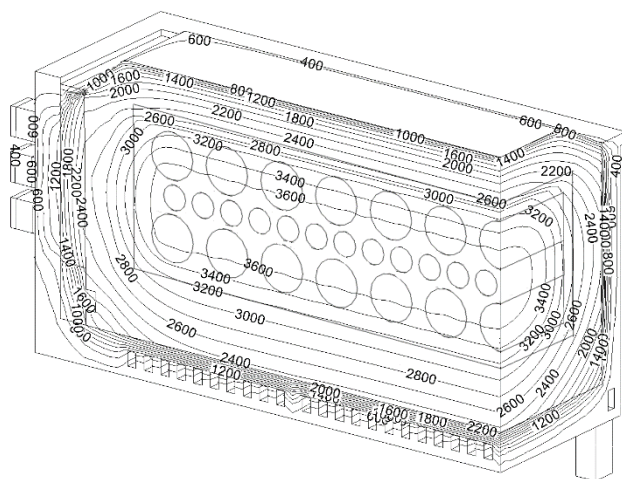


Рис. 4.40. Термограма печі графітування у разі використання сирого коксу фракцією 6–8 мм (К)

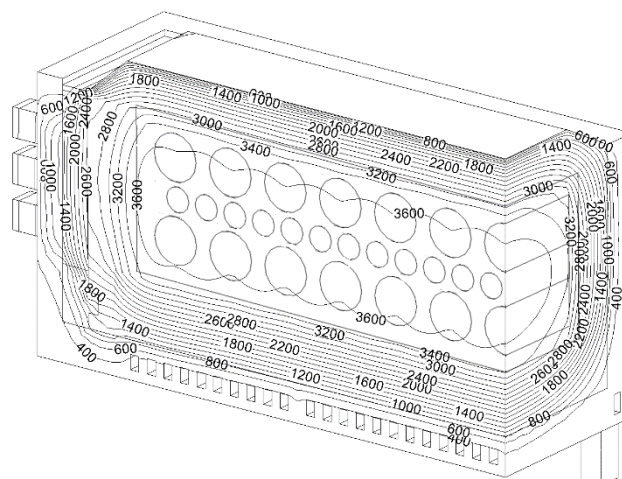


Рис. 4.41. Термограма печі графітування у разі використання сирого коксу фракцією 0–2 мм (К)

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 за рахунок підмішування до графітованого матеріалу певної частки сирого матеріалу.

Пошук раціонального співвідношення сирого та графітованого коксу, виходячи з важливих характеристик процесу графітування (максимальної, мінімальної та середньої об'ємної температури у заготовках, осьових температурних перепадів за кампанію та енергетичного ККД), показав, що використання суміші графітованого коксу фракцією 0–2 мм із вмістом сирого коксу не менше 50 % (додаток Ж, табл. Ж.1) супроводжується зменшенням неоднорідності температурного поля у заготовках на кінець кампанії майже на

400 °С у порівнянні з використанням сирого коксу розміром фракції 0–2 мм. Водночас слід відзначити, що в реальних умовах теплоізоляційна шихта містить біля 24 % вологи, врахування якої під час числового моделювання показує її суттєвий вплив на теплові характеристики печі графітування. Використання вологої шихти з суміші сирого та графітованого коксового дріб'язку 50/50 % фракційним складом 0–2 мм (додаток Ж, табл. Ж.2) у порівнянні із сухою шихтою призводить до зростання ККД печі майже на 4 %, мінімальна температура заготовок зростає більше ніж на 200 °С, зменшується теплове навантаження на шамотну кладку печі (додаток Ж, рис. Ж.1). Таким чином, використання результатів дослідження коефіцієнта теплопровідності та ПЕО кам'яновугільного коксу дає можливість здійснювати не тільки термо- та енергоаудит діючих високотемпературних агрегатів на основі числового аналізу, а й розробляти нову вогнетривку теплоізоляцію на основі сипучих вуглецевих матеріалів.

4.5. Висновки

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 розраховувати 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 під надлишковим тиском 27 кПа, на основі яких розраховані регресійні рівняння, що дають можливість розраховувати коефіцієнти теплопровідності сирого, графітованого коксу з середнім розміром фракції 1–7 мм у діапазоні температури 200–1000 °С та їх сумішей 2–6 мм за температури 400–1000 °С. При цьому відносна похибка рівняння регресії не перевищує 20 % для всього діапазону кожного з факторів.

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

3. Отримані результати теплофізичних вимірювань кам'яновугільного коксу різної структури приведено до вигляду добутку λ_r у залежності від температури і розміру фракції та апроксимовані поліномами другого степеню, що дають змогу оцінювати коефіцієнт теплопровідності за значенням питомого електричного опору.

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

ВИСНОВКИ

В монографії вирішена важлива науково-технічна задача, яка пов'язана з отриманням температурних залежностей коефіцієнта теплопровідності і питомого електричного опору, кореляційних залежностей між питомим електричним опором і коефіцієнтом теплопровідності для сипучих вуглецевих матеріалів різного фракційного та структурного складу, які відповідають технологічним умовам виробництва вуглеграфітових виробів і дають змогу здійснити числовий аналіз теплоелектричних полів печей графітування з метою підвищення їх енергоефективності, ресурсозбереження та захисту навколишнього середовища. За результатами виконаної роботи можна зробити такі висновки:

1. В результаті проведеного аналізу літературних джерел у якості методу вимірювання коефіцієнта теплопровідності обрано стаціонарний метод коаксіальних циліндрів. Методика дослідження теплопровідності вдосконалена за допомогою застосування принципу суперпозиції температурних полів, що враховує температурний перепад, створюваний як центральним, так і фоновим нагрівниками. Для вимірювання питомого електричного опору розроблено методику, яка дозволяє створити рівномірне температурне поле в радіальному та осьовому напрямках досліджуваного матеріалу за рахунок пропускання експериментально визначеного значення струму через досліджуваний матеріал та додаткового теплопідводу до його бічної поверхні.

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

3. Достовірність вимірювання коефіцієнта теплопровідності підтверджена результатами метрологічної атестації установки, похибка вимірювання якої не перевищує 12 %. Похибка вимірювання ПЕО, яка отримана на основі розрахунків та за допомогою налагоджувальних дослідів на сипучих вуглецевих матеріалах, не перевищує 15 %.

4. На основі планування експерименту встановлено, що достатньо 20 замірів для отримання залежності коефіцієнта теплопровідності від температури, розміру фракцій та вмісту графітованого матеріалу. В результаті проведення дослідження отримано температурні залежності коефіцієнта теплопровідності сумішей сирого та графітованого коксового дріб'язку з різними відсотковими співвідношеннями (100:0, 75:25, 50:50, 25:75, 0:100) гранулометричним складом 0–10 мм. Одержано залежності коефіцієнта

теплопровідності від температури та розміру фракцій (0–2 мм, 2–4 мм, 4–6 мм, 6–8 мм) для сирого та графітованого коксового дріб'язку. Отримані результати дослідження відповідають умовам стискання 27 кПа.

5. Отримано залежності коефіцієнта теплопровідності та ПЕО сирого коксу різного фракційного складу під тиском до 54 кПа та температурі до 1300 К.

6. Проведено РЦКП для сирого та графітованого коксу з отриманням регресійних рівнянь коефіцієнта теплопровідності у залежності від температури (500–1300 К), розміру гранул (1–7 мм), вмісту графітованого матеріалу (0–100 %), прикладеного тиску (0–54 кПа).

7. Отримано температурні залежності питомого електричного опору для теплоізоляційної шихти на основі суміші сирого та графітованого коксового дріб'язку у різних пропорціях, сирого та графітованого коксового дріб'язку різного фракційного складу, які приведені до умов тиску 27 кПа.

8. На основі отриманих результатів вимірювання коефіцієнта теплопровідності та питомого електричного опору розраховано емпіричні кореляційні залежності добутку λ_r від температури та фракційного складу для досліджуваного коксу.

9. Розраховано температурні поля в об'ємі печі графітування Ачесона з використанням теплоізоляційної шихти різного складу. Результати використання теплоізоляційного матеріалу сирого коксу розміром фракцій 0–2 мм показали збільшення ККД печі графітування на 2 % і зменшення неоднорідності температурного поля по заготовках на кінець кампанії на 30 % у порівнянні з використанням коксу розміром фракції 6–8 мм. Підібрана ресурсоенергозберігаюча однокомпонентна теплоізоляційна шихта на основі суміші сирого та графітованого коксового дріб'язку у співвідношенні 50/50 % та фракцією 0–2 мм.

10. За матеріалами наукових досліджень, що представлені у монографії, опубліковано 18 статей (з них 7 у журналах, які входять до наукометричних баз даних) та отримано 5 патентів України.

ДОДАТОК А

Фізичні властивості матеріалів дослідних установок

Таблиця А.1. Фетр мулітокремнеземистий (МКР) [103]

Властивість \ Температура T , К	473	673	873	1073	1273
Коефіцієнт теплопровідності λ , Вт/(м·К)	0,14	0,17	0,22	0,31	0,5
Масова ізобарна теплоємність c_p , Дж/(кг·К)	1600	1600	1600	1600	1600
Густина ρ , кг/м ³	130	130	130	130	130

Таблиця А.2. Плита МКР [103]

Властивість \ T , К	473	673	873	1073	1273	1473
λ , Вт/(м·К)	0,15	0,17	0,20	0,24	0,3	0,43
c_p , Дж/(кг·К)	1050	1050	1050	1050	1050	1050
ρ , кг/м ³	450	450	450	450	450	450

Таблиця А.3. Трубка МКР

Властивість \ T , К	293	473	673	873	1073	1273	1673
λ , Вт/(м·К)	5,06	3,8	2,8	2,2	1,74	1,55	1,4
c_p , Дж/(кг·К)	780	860	960	1060	1150	1250	1250
ρ , кг/м ³	2800	2800	2800	2800	2800	2800	2800

Таблиця А.4. Силікат кальцію [102]

Властивість \ T , К	473	673	873	1073	1273
λ , Вт/(м·К)	0,08	0,1	0,14	0,17	0,21
c_p , Дж/(кг·К)	1030	1030	1030	1030	1030
ρ , кг/м ³	290	290	290	290	290

Таблиця А.5. Сталь 3 ГОСТ 380–88

Властивість \ T , К	293	473	673	873	1073	1273	1473
λ , Вт/(м·К)	49	42,7	38,5	31,9	26	28	29
c_p , Дж/(кг·К)	466	466	508	563	622	664	687
ρ , кг/м ³	7820	7800	7730	7650	7640	7540	7490

Таблиця А.6. Сталь нержавіюча 12Х18Н9 ГОСТ 5582–75

Властивість \ T , К	293	473	673	873	1073	1273	1473
λ , Вт/(м·К)	15	18	21	25	26	26	29
c_p , Дж/(кг·К)	462	496	538	563	596	596	596
ρ , кг/м ³	7920	7920	7920	7920	7920	7920	7920

Таблиця А.7. Карбід кремнію (центральный нагрівник)

Властивість \T, К	293	473	673	773	873	973	1073	1273
λ , Вт/(м·К)	68	47	31	25	21	18	15	13
c_p , Дж/(кг·К)	674	846	1011	1084	1149	1207	1259	1341
ρ , кг/м ³	2700	2700	2700	2700	2700	2700	2700	2700
$\rho_{\text{ел}}$, $\times 10^{-6}$, Ом·м	1476	860	661	584	559	556	565	647

Таблиця А.8. Графітовий електрод

Властивість \T, К	293	473	673	773	873	973	1073	1273
λ , Вт/(м·К)	93	90	78	71	64	57	52	47
c_p , Дж/(кг·К)	668	1016	1369	1461	1530	1587	1638	1721
ρ , кг/м ³	1900	1900	1900	1900	1900	1900	1900	1900
$\rho_{\text{ел}}$, $\times 10^{-6}$, Ом·м	9,89	9,05	8,38	8,14	7,98	7,88	7,86	8,01

Дані з теплофізичних характеристик матеріалів, що наведено в цих таблицях, взяті з паспортних даних цих матеріалів та літературних джерел.

ДОДАТОК Б

Таблиці даних коефіцієнта теплопровідності стандартних зразків

Таблиця Б.1. Коефіцієнт теплопровідності плавленого кварцу в інтервалі зміни температури від 273 К до 573 К (від 0 °С до 300 °С; ГОСТ 15130-86 [124])

Температура, К (°С)	Коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К)	Температура, К (°С)	Коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К)
273 (0)	1,32	423 (150)	1,56
293 (20)	1,35	473 (200)	1,61
323 (50)	1,42	523 (250)	1,66
373 (100)	1,49	573 (300)	1,70

Таблиця Б.2. Коефіцієнт теплопровідності шамоту в інтервалі зміни температури від 573 К до 1273 К (от 300 °С до 1000 °С; дані С.-Петербурзького державного технологічного інституту)

Температура, К (°С)	Коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К)	Температура, К (°С)	Коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К)
573 (300)	0,76	973 (700)	0,90
623 (350)	0,77	1023 (750)	0,93
673 (400)	0,78	1073 (800)	0,97
723 (450)	0,79	1123 (850)	1,00
773 (500)	0,81	1173 (900)	1,04
823 (550)	0,83	1223 (950)	1,08
873 (600)	0,85	1273 (1000)	1,12
923 (650)	0,88		

Таблиця Б.3. Коефіцієнт теплопровідності теплоізоляційної шихти в інтервалі зміни температури від 293 К до 1673 К (від 20 °С до 1400 °С; дані фірми NETZSCH)

Температура, К (°С)	Коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К)	Температура, К (°С)	Коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К)
293 (20)	0,44	1073 (800)	1,01
373 (100)	0,45	1173 (900)	1,13
473 (200)	0,50	1273 (1000)	1,24
573 (300)	0,57	1373 (1100)	1,38
673 (400)	0,66	1473 (1200)	1,56
773 (500)	0,75	1573 (1300)	1,78
873 (600)	0,82	1673 (1400)	2,10
973 (700)	0,91		

ДОДАТОК В

Рототабельне центральне композиційне планування

Плани 2-го порядку дають змогу отримати математичний опис у вигляді повної квадратичної моделі, що містить крім основних ефектів b_i всі парні взаємодії b_{ij} і квадратичні ефекти b_{ii}

$$y(x_1, x_2, \dots, x_n) = b_0 + \sum_{i=1}^n b_i x_i + \sum_{i=1}^{n-1} \sum_{j=i+1}^n b_{ij} x_i x_j + \sum_{i=1}^n b_{ii} x_i^2. \quad (\text{B.1})$$

Доцільніше для цієї мети використати центральний композиційний план, утворений шляхом додавання деякої кількості спеціальних точок до «ядра», що складається із планів 2^n . Якщо до «ядра» додати точку у центрі плану з координатами $(0, 0 \dots 0)$ і $2n$ так звані «зіркові» точки з координатами $(\pm\alpha, 0 \dots 0)$, $(0, \pm\alpha, \dots, 0)$, ..., $(0, 0 \dots \pm\alpha)$, то одержимо центральний композиційний план. У якості ядра використовуються точки ПФЕ – вершини квадрата і куба відповідно.

Метод рототабельного центрального композиційного планування експерименту дає можливість отримати більш точний математичний опис завдяки збільшенню кількості дослідів у центрі плану і спеціальному вибору значення «зіркового» плеча α .

Кількість дослідів РЦКП визначається за формулою

$$N = N_{\text{я}} + 2n + N_0, \quad (\text{B.2})$$

де $N_{\text{я}}$ – кількість дослідів у «ядрі» плану; n – кількість факторів; $2n$ – кількість дослідів у «зіркових» точках; N_0 – кількість дослідів у центрі плану з координатами $(0, 0, \dots, 0)$.

Значення «зіркового плеча» для рототабельного плану вибирається з умови

$$\alpha = 2^{n/4} \text{ для } n < 5.$$

Матриця РЦКП для двох факторів наведена в табл. В.1.

Таблиця В.1. Матриця РЦКП

Системи дослідів	№ дослідів	x_0	x_1	x_2	$x_1 x_2$	x_1^2	x_2^2	y_j
ПФЕ	1	+1	+1	+1	+1	+1	+1	y_1
	2	+1	-1	+1	-1	+1	+1	y_2
	3	+1	+1	-1	-1	+1	+1	y_3
	4	+1	-1	-1	+1	+1	+1	y_4
Досліди в «зіркових точках»	5	+1	+1,414	0	0	2	0	y_5
	6	+1	-1,414	0	0	2	0	y_6
	7	+1	0	+1,414	0	0	2	y_7
	8	+1	0	-1,414	0	0	2	y_8
Дослід в центрі плану	9	+1	0	0	0	0	0	y_9
	10	+1	0	0	0	0	0	y_{10}
	11	+1	0	0	0	0	0	y_{11}
	12	+1	0	0	0	0	0	y_{12}
	13	+1	0	0	0	0	0	y_{13}

Геометрична інтерпретація РЦКП для двох факторів представлена на рис. В.1 і являє собою квадрат.

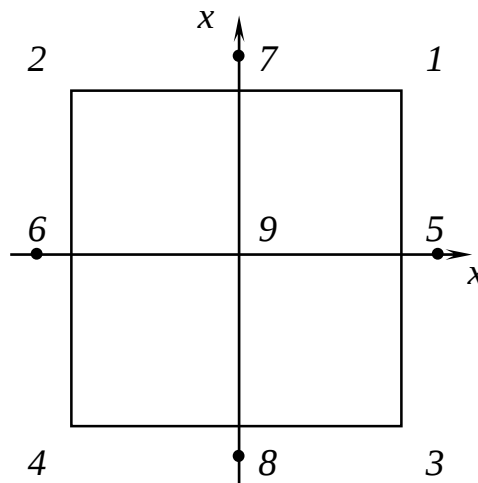


Рис. В.1. Геометрична інтерпретація РЦКП для двох факторів

Під час ротатбельного планування для оцінки коефіцієнтів регресії та дисперсії знаходять наступні допоміжні коефіцієнти:

$$A = \frac{1}{2B[(n+2)B-n]}; \quad (\text{B.3})$$

$$B = \frac{nN}{(n+2)(N-N_0)}; \quad (\text{B.4})$$

$$C = \frac{N}{N-N_0}, \quad (\text{B.5})$$

де n – кількість факторів; N – загальна кількість дослідів РЦКП; N_0 – кількість дослідів у центрі плану.

На основі результатів експерименту розраховують наступні суми:

$$S_0 = \sum_{j=1}^N y_j; \quad (\text{B.6})$$

$$S_i = \sum_{j=1}^N X_{ji} y_j, \quad (i=1,2,\dots, n); \quad (\text{B.7})$$

$$S_{ik} = \sum_{j=1}^N X_{ji} X_{jk} y_j, \quad (i \neq k); \quad (\text{B.8})$$

$$S_{ii} = \sum_{j=1}^N X_{ji}^2 y_j, \quad (i=1,2,\dots, n). \quad (\text{B.9})$$

Формули для розрахунку коефіцієнтів регресії мають наступний вигляд:

$$b_0 = \frac{2AB}{N} \left[S_0 B(n+2) - C \sum_{i=1}^n S_{ii} \right]; \quad (\text{B.10})$$

$$b_i = \frac{CS_i}{N}; \quad (\text{B.11})$$

$$b_{ik} = \frac{C^2 S_{ik}}{BN}, \quad (i \neq k); \quad (\text{B.12})$$

$$b_{ii} = \frac{AC}{N} \left\{ S_{ii} C[B(n+2) - n] + C(1-B) \sum_{i=1}^n S_{ii} - 2BS_0 \right\}. \quad (B.13)$$

Оцінку дисперсії відтворюваності $S_{\text{відтв}}^2$ можна знайти на основі результатів дослідів, проведених у центрі плану:

$$\bar{y} = \frac{1}{N_0} \sum_{j=1}^{N_0} y_j; \quad (B.14)$$

$$S_y^2 = \frac{1}{N_0 - 1} \sum_{j=1}^N (y_j - \bar{y})^2. \quad (B.15)$$

Оцінка значущості коефіцієнтів рівняння регресії виконується за критерієм Стюдента. Значущість коефіцієнтів розраховують із умови

$$|b_i| \geq S_{b_i} t_{\text{кр}}, \quad (B.16)$$

де S_{b_i} – оцінка середньоквадратичних відхилень відповідних коефіцієнтів регресії; $t_{\text{кр}}$ – критичне значення критерію Стюдента, що відповідає вибраному рівню значимості і числу ступенів свободи

$$f = N(K - 1), \quad (B.17)$$

де K – кількість паралельних дослідів.

Якщо паралельні досліди не проводилися, то кількість ступенів свободи рівна $f = N_0 - 1$. Оцінки дисперсії коефіцієнтів регресії виконується за такими формулами:

$$S_{b_0}^2 = \frac{2AB(n+2)}{N} S_y^2; \quad (B.18)$$

$$S_{b_i}^2 = \frac{S_y^2}{N - N_0}, \quad (i=1,2,\dots, n); \quad (B.19)$$

$$S_{b_{ik}}^2 = \frac{C^2 S_y^2}{N}, \quad (i \neq k); \quad (B.20)$$

$$S_{b_{ii}}^2 = \frac{AC^2 S_y^2}{N} [B(n+1) - (n-1)]. \quad (\text{B.21})$$

Перевірка адекватності рівняння регресії здійснюється за допомогою критерію Фішера. Розрахункове значення критерію Фішера визначається співвідношенням

$$F_p = \frac{S_a^2}{S_y^2}, \quad (\text{B.22})$$

де S_a^2 – оцінка дисперсії адекватності; S_y^2 – оцінка дисперсії відтворюваності.

Оцінка дисперсії адекватності розраховується за формулою

$$S_a^2 = \frac{\sum_{j=1}^N (y_j^e - y_j^p)^2 - S_y^2 (N_0 - 1)}{N - \frac{(n+2)(n+1)}{2} - (N_0 - 1)}, \quad (\text{B.23})$$

де y_j^e і y_j^p – експериментальне та розрахункове значення функції відгуку в j -му досліді.

Число ступенів свободи, зв'язаних із цією оцінкою дисперсії, знаходиться за формулою

$$f_{ad} = N - \frac{(n+2)(n+1)}{2} - (N_0 - 1). \quad (\text{B.24})$$

Якщо $F_p \leq F_{кр}$, математична модель адекватно описує поверхню відгуку і її можна використовувати для оптимізації процесу. Критичне значення критерію Фішера знаходиться для заданого рівня значущості.

Для запису математичної моделі у реальних фізичних величинах здійснюється зворотній перехід від стандартного масштабу до натурального за допомогою виразу

$$x_i = \frac{(\tilde{x}_i - x_{i0})}{I}, \quad (\text{B.25})$$

де x_i – кодоване значення; $\tilde{x}_i$ – натуральне (фізичне) значення; x_{i0} – основний рівень; I – інтервал варіювання, $I = |\tilde{x}_i - x_{i0}|$.

Рототабельне центральне композиційне планування двохфакторного (температура, розмір фракції) експерименту для сирого коксу приведені нижче.

Для знаходження коефіцієнтів регресії необхідно обчислити такі додаткові коефіцієнти:

$$B = \frac{2 \cdot 13}{(2 + 2)(13 - 5)} = 0,81;$$

$$A = \frac{1}{2 \cdot 0,81[(2 + 2) \cdot 0,81 - 5]} = 0,49;$$

$$C = \frac{13}{13 - 5} = 1,63.$$

На основі результатів дослідів (табл. 2.8) обчислюються допоміжні суми:

$$S_0 = \sum_{j=1}^{13} y_j^e = 9,7;$$

$$S_1 = \sum_{j=1}^N X_{j1} y_j^e = 2,9;$$

$$S_2 = \sum_{j=1}^N X_{j1} y_j^e = 1,0;$$

$$S_{12} = \sum_{j=1}^N X_{j1} X_{j2} y_j^e = 0,5;$$

$$S_{11} = \sum_{j=1}^N X_{j1}^2 y_j^e = 6,4;$$

$$S_{22} = \sum_{j=1}^N X_{j2}^2 y_j^e = 6,0.$$

Коефіцієнти регресії розраховуються за формулами (В.10) – (В.13):

$$\begin{aligned} b_0 &= \frac{2AB}{N} [S_0 B(n + 2) - C(S_{11} + S_{22})] = \\ &= \frac{2 \cdot 0,5 \cdot 0,81}{13} [9,7 \cdot 0,81(2 + 2) - 1,63(6,4 + 6,0)] = 0,712; \end{aligned}$$

$$b_1 = \frac{CS_1}{N} = \frac{1,63 \cdot 2,9}{13} = 0,36;$$

$$b_2 = \frac{CS_2}{N} = \frac{1,63 \cdot 1,0}{13} = 0,123;$$

$$b_{12} = \frac{C^2 S_{12}}{BN} = \frac{1,63^2 \cdot 0,5}{0,81 \cdot 13} = 0,125;$$

$$\begin{aligned} b_{11} &= \frac{AC}{N} \{S_{11}C[B(n+2)-n] + C(1-B)(S_{11} + S_{22}) - 2BS_0\} = \\ &= \frac{0,5 \cdot 1,63}{13} \{6,4 \cdot 1,63[0,81(2+2)-2] + 1,63(1-0,81)(6,4+6,0) - 2 \cdot 0,81 \cdot 9,7\} = 0,055; \\ b_{22} &= \frac{AC}{N} \{S_{22}C[B(n+2)-n] + C(1-B)(S_{11} + S_{22}) - 2BS_0\} = \\ &= \frac{0,5 \cdot 1,63}{13} \{6,0 \cdot 1,63[0,81(2+2)-2] + 1,63(1-0,81)(6,4+6,0) - 2 \cdot 0,81 \cdot 9,7\} = 0,0072. \end{aligned}$$

Оцінка дисперсії відтворюваності знаходиться на основі результатів дослідів, проведених у центрі плану за числом ступенів свободи:

$$f = N_0 - 1 = 5 - 1 = 4;$$

$$\bar{y} = \frac{1}{N_0} \sum_{j=1}^{N_0} y_j^e = \frac{1}{5} (0,71 + 0,70 + 0,69 + 0,73 + 0,73) = 0,71;$$

$$S_y^2 = \frac{1}{N_0 - 1} \sum_{j=1}^N (y_i - \bar{y})^2 = 0,00032.$$

Оцінка дисперсії для визначення коефіцієнтів регресії виконується за формулами (В.18) – (В.21):

$$S_{b_0}^2 = \frac{2AB(n+2)}{N} S_y^2 = \frac{2 \cdot 0,5 \cdot 0,81(2+2)}{13} 0,00032 = 7,9 \cdot 10^{-5};$$

$$S_{b_i}^2 = \frac{S_y^2}{N - N_0} = \frac{0,00032}{13 - 5} = 4 \cdot 10^{-5};$$

$$S_{b_{ik}}^2 = \frac{C^2 S_y^2}{N} = \frac{1,63^2 \cdot 0,00032}{13} = 2,1 \cdot 10^{-8};$$

$$S_{b_{ii}}^2 = \frac{AC^2 S_y^2}{N} [B(n+1) - (n-1)] = \frac{0,5 \cdot 1,63^2 \cdot 0,00032}{13} [0,81(2+1) - (2-1)] = 4,6 \cdot 10^{-5}.$$

З використанням таблиці значень критерію Стюдента знаходяться $t_{кр} = 2,78$ для $f = 4$ і довірчої ймовірності $W = 0,95$. Тоді:

$$S_{b_0} t_{кр} = 0,0089 \cdot 2,78 = 0,025;$$

$$S_{b_i} t_{кр} = 0,0063 \cdot 2,78 = 0,018;$$

$$S_{b_{ik}} t_{кр} = 0,00014 \cdot 2,78 = 0,0004;$$

$$S_{b_{ii}} t_{кр} = 0,0068 \cdot 2,78 = 0,019.$$

Для перевірки значущості коефіцієнтів регресії розглядаються такі співвідношення:

$$|b_0| = 0,71 > S_{b_0} t_{кр};$$

$$|b_1| = 0,36 > S_{b_i} t_{кр};$$

$$|b_2| = 0,123 > S_{b_i} t_{кр};$$

$$|b_{12}| = 0,125 > S_{b_{ik}} t_{кр};$$

$$|b_{11}| = 0,055 > S_{b_{ii}} t_{кр};$$

$$|b_{22}| = 0,0072 < S_{b_{ii}} t_{кр}.$$

Таким чином, коефіцієнт b_{22} є не значущим.

З використанням формул (В.23) виконується оцінка дисперсії адекватності

$$S_{ad}^2 = \frac{\sum_{j=1}^N (y_j^e - y_j^p)^2 - S_y^2 (N_0 - 1)}{N - \frac{(n+2)(n+1)}{2} - (N_0 - 1)} = \frac{0,005 - 0,00032 \cdot 4}{13 - \frac{(2+2)(2+1)}{2} - 4} = 0,0012.$$

Кількість ступенів свободи, що зв'язані з оцінкою дисперсії, знаходяться за формулою (В.24)

$$f_{ad} = 13 - \frac{(2+2)(2+1)}{2} - (5-1) = 3.$$

Розрахункове значення критерію Фішера становить

$$F_p = \frac{S_a^2}{S_y^2} = \frac{0,0012}{0,00032} = 3,7.$$

З таблиці значень критерію Фішера відповідне значення критерію $F_{кр} = 6,6$. Умова $F_p \leq F_{кр}$ виконана, тому рівняння регресії має вигляд

$$y = 0,71 + 0,36X_1 + 0,123X_2 + 0,125X_1 X_2 + 0,055X_1^2$$

та адекватне представленим результатам експерименту.

Перехід до рівняння регресії з фізичними змінними здійснюється за допомогою формули (В.25):

$$x_1 = \frac{(\tilde{x}_1 - x_{10})}{I} = 0,0025\tilde{x}_1 - 1,5;$$

$$x_2 = \frac{(\tilde{x}_2 - x_{20})}{I} = 0,5\tilde{x}_2 - 2;$$

$$\lambda = 0,458 - 3,5 \cdot 10^{-4}t - 0,063d + 2,08 \cdot 10^{-4}td + 6,08 \cdot 10^{-7}t^2.$$

Отримане рівняння дає змогу знайти коефіцієнт теплопровідності сирого коксу в залежності від температури (200–1000 °С) та розміру частинок (1–7 мм).

Таким же чином можна отримати регресійне рівняння для коефіцієнта теплопровідності на основі матриці планування та результатів експерименту для трьохфакторного експерименту (температура, розмір фракції, відсотковий вміст графітованого матеріалу), для якого матриця планування та результати експерименту приведені в табл. В.2.

Таблиця В.2. Матриця планування та результати експерименту для суміші сирого та графітового коксу

№ досл.	X_0	X_1	X_2	X_3	X_1^2	X_2^2	X_3^2	X_1X_2	X_1X_3	X_2X_3	y_j^e	y_j^p
1	1	-1	-1	-1	1	1	1	1	1	1	0,53	0,54
2	1	1	-1	-1	1	1	1	-1	-1	1	0,82	0,77
3	1	-1	1	-1	1	1	1	-1	1	-1	0,62	0,55
4	1	1	1	-1	1	1	1	1	-1	-1	1,26	1,26
5	1	-1	-1	1	1	1	1	1	-1	-1	0,82	0,74
6	1	1	-1	1	1	1	1	-1	1	-1	1,22	1,22
7	1	-1	1	1	1	1	1	-1	-1	1	0,76	0,75
8	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1	1,80	1,70
9	1	-1,68	0	0	2,83	0	0	0	0	0	0,48	0,50
10	1	1,68	0	0	2,83	0	0	0	0	0	1,53	1,49
11	1	0	-1,68	0	0	2,83	0	0	0	0	0,65	0,64
12	1	0	1,68	0	0	2,83	0	0	0	0	1,06	1,06
13	1	0	0	-1,68	0	0	2,83	0	0	0	0,71	0,70
14	1	0	0	1,68	0	0	2,83	0	0	0	1,25	1,25
15	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,86	0,92
16	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,88	0,92
17	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,82	0,92
18	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,94	0,92
19	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,86	0,92
20	1	0	0	0	0	0	0	0	0	0	0,84	0,92
$\sum_{j=1}^N X_j y_j^e$	18,7	4,1	1,7	2,3	13,5	12,7	13,4	1,0	0,5	-0,01	$S_y^2 = 0,0017$ $S_{ao}^2 = 0,008$ $F_p = 4,9$ $F_{кр} = 6,2$	
b	0,92	0,30	0,12	0,16	0,03	-0,02	0,02	0,12	0,06	-0,0013		
S_b^2	$3,3 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$1,2 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$	$1,1 \cdot 10^{-4}$	$3 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-7}$	$3 \cdot 10^{-7}$		
$t_{кр} \cdot S_b$	0,045	0,027	0,027	0,027	0,026	0,026	0,026	0,0013	0,0013	0,0013		
Оскільки $t_{кр} \cdot S_{b22} > b_{22} $, $t_{кр} \cdot S_{b33} > b_{33} $, $t_{кр} \cdot S_{b23} > b_{23} $, то коефіцієнти регресії b_{22} , b_{33} , b_{23} – незначущі												
$y = 0,92 + 0,3X_1 + 0,12X_2 + 0,16X_3 + 0,03X_1^2 + 0,12X_1X_2 + 0,06X_1X_3$, $\lambda = 0,756 - 9,9 \cdot 10^{-4}t - 0,114d - 5,2 \cdot 10^{-4}g + 6,7 \cdot 10^{-7}t^2 + 3 \cdot 10^{-4}td + 9,9 \cdot 10^{-6}tg$												

ДОДАТОК Г

Результати вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипучих вуглецевих матеріалів

Таблиця Г.1. Коефіцієнт теплопровідності суміші сирого та графітованого кам'яновугільного коксу гранулометричним складом 0–10 мм та багатокомпонентної шихти під тиском 27 кПа

Сирій / графітований, %	Об'ємна густина, кг/м ³	Коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К), за температури, °С								
		200	300	400	500	600	700	800	900	1000
100 / 0	680	0,39	0,45	0,54	0,62	0,75	0,88	1,01	1,15	1,29
75 / 25	670	0,49	0,56	0,65	0,75	0,87	0,99	1,13	1,28	1,43
50 / 50	660	0,58	0,66	0,75	0,84	0,96	1,08	1,22	1,39	1,55
25 / 75	640	0,69	0,78	0,89	1,00	1,13	1,26	1,42	1,60	1,78
0 / 100	590	0,89	1,01	1,14	1,27	1,43	1,58	1,76	1,97	2,17
Багатокомпонентна шихта	860	0,47	0,53	0,62	0,72	0,80	0,89	0,98	1,08	1,18

Таблиця Г.2. Коефіцієнт теплопровідності сирого кам'яновугільного коксу різних фракцій

Фракція, мм	Об'ємна густина, кг/м ³	Коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К), за температури, °С								
		200	300	400	500	600	700	800	900	1000
Під тиском 27 кПа										
0–2	740	0,38	0,43	0,48	0,53	0,58	0,63	0,68	0,74	0,79
2–4	590	0,30	0,37	0,45	0,55	0,64	0,75	0,87	0,99	1,12
4–6	490	0,33	0,42	0,52	0,64	0,77	0,93	1,10	1,29	1,50
6–8	500	0,34	0,45	0,57	0,72	0,88	1,06	1,27	1,49	1,73
7–10	430	0,37	0,43	0,54	0,69	0,90	1,14	1,44	1,78	2,16
0–5	710	0,34	0,42	0,50	0,58	0,67	0,76	0,86	0,95	1,06
За вільної засипки										
0–2	660	0,30	0,35	0,40	0,46	0,52	0,58	0,65	0,71	0,78
6–8	460	0,36	0,43	0,55	0,69	0,88	1,10	1,35	1,64	1,97

Таблиця Г.3. Коефіцієнт теплопровідності графітованого кам'яновугільного коксу різних фракцій

Фракція, мм	Об’ємна густина, кг/м ³	Коефіцієнт теплопровідності, Вт/(м·К), за температури, °С								
		200	300	400	500	600	700	800	900	1000
Ущільнення «пікуванням»										
0–2	750	0,92	0,96	0,98	1,02	1,08	1,14	1,17	1,15	–
Під тиском 1,5 кПа										
0–2	630	0,74	0,76	0,79	0,83	0,87	0,90	0,93	0,94	0,93
Під тиском 27 кПа										
0–2	730	0,79	0,80	0,84	0,89	0,94	0,98	0,99	0,98	–
2–4	540	0,66	0,74	0,85	0,99	1,16	1,37	1,60	1,87	2,18
4–6	560	0,70	0,78	0,91	1,09	1,33	1,62	1,96	2,36	2,81
6–8	560	0,72	0,79	0,92	1,14	1,44	1,81	2,26	2,79	3,39
За вільної засипки										
0–2	600	0,68	0,72	0,77	0,82	0,88	0,92	0,95	0,97	0,96
6–8	520	0,71	0,81	0,98	1,23	1,56	1,96	2,43	2,98	3,61

ДОДАТОК Д

Результати вимірювання питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів

Таблиця Д.1. ПЕО суміші сирого та графітованого кам'яновугільного коксу
гранулометричним складом 0–10 мм та багатокомпонентної шихти
під тиском 27 кПа

Сирий / графіто- ваний, %	Гус- тина, кг/м ³	ПЕО, Ом·мм ² /м, за температури, °С									
		100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
100 / 0	680	86670	75240	63810	54270	46610	38950	33810	28670	24380	20940
75 / 25	670	30920	25950	21840	18590	15340	13220	11090	9330	7950	6560
50 / 50	660	13500	11450	9740	8360	69900	6070	5150	4380	3760	3140
25 / 75	640	4610	4030	3540	3120	2710	2400	2100	1850	1630	1410
0 / 100	590	1550	1430	1320	1220	1120	1040	960	880	820	750
Багаток. шихта	860	319690	260490	209780	167580	125380	100180	74990	58290	50100	41910

Таблиця Д.2. ПЕО сирого кам'яновугільного коксу різних фракцій під тиском 27 кПа

Фракція, мм	Густина, кг/м ³	ПЕО, кОм·мм ² /м, при температурі, °С									
		100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
0–2	740	482	330	229	163	114	78	52,5	33	20,3	9,6
2–4	590	196	163	130	104	80	58	40,9	27,2	16,4	7,2
4–6	490	65,3	58,7	51,8	45,2	38,8	32,8	25,8	19,5	12,9	8
6–8	500	47,2	42,1	37,2	32,2	27,5	22,9	18,4	13,7	9,6	5,7

Таблиця Д.3. ПЕО сирого кам'яновугільного коксу різних фракцій під тиском 27 кПа

Фракція, мм	Густина, кг/м ³	ПЕО, кОм·мм ² /м, при температурі, °С									
		100	200	300	400	500	600	700	800	900	1000
0–2	730	770	580	470	400	360	320	290	270	260	260
2–4	540	670	530	420	340	280	240	220	210	210	210
4–6	560	560	470	420	370	340	310	280	260	250	250
6–8	560	650	520	440	380	330	300	270	260	250	250

ДОДАТОК Е

Кореляційна залежність добутку коефіцієнта теплопровідності та ПЕО для коксу

Таблиця Е.1. Результати кореляційної залежності добутку $\lambda\rho$ сирого коксу

Температура, °С	Розмір гранули, мм	$\lambda\rho$ експ-нт, Вт/(м·К)·Ом·м	$\lambda\rho$ розрах., Вт/(м·К)·Ом·м	Відносне відхилення, %
100	7	0,0118	0,011821	0,11
200	7	0,0142	0,015213	6,35
300	7	0,0166	0,017707	6,38
400	7	0,0184	0,019303	4,62
500	7	0,0197	0,02	1,43
600	7	0,0202	0,019799	1,88
700	7	0,0196	0,018699	4,66
800	7	0,0173	0,016701	3,80
900	7	0,0143	0,013805	3,34
1000	7	0,0098	0,01001	1,74
100	5	0,0174	0,01601	8,66
200	5	0,0195	0,02129	8,24
300	5	0,0216	0,02509	13,95
400	5	0,0234	0,02741	14,51
500	5	0,0247	0,02825	12,43
600	5	0,0254	0,02761	8,00
700	5	0,0240	0,02549	5,99
800	5	0,0215	0,02189	1,94
900	5	0,0166	0,01681	0,97
1000	5	0,0120	0,01025	16,89
100	3	0,0449	0,055593	19,26
200	3	0,0482	0,052701	8,45
300	3	0,0482	0,049255	2,08
400	3	0,0472	0,045255	4,33
500	3	0,0436	0,0407	7,13
600	3	0,0374	0,035591	4,95
700	3	0,0307	0,029927	2,64
800	3	0,0236	0,023709	0,65
900	3	0,0162	0,016937	4,23
1000	3	0,0081	0,00961	16,09
100	1	0,1586	0,130569	17,66
300	1	0,0978	0,090203	7,79
500	1	0,0602	0,05735	4,71
700	1	0,0331	0,032011	3,41
800	1	0,0226	0,022159	1,81
900	1	0,0150	0,014185	5,20
1000	1	0,0076	0,00809	6,53

Таблиця Е.2. Результати кореляційної залежності добутку λ_r графітованого коксу

Температура, °С	Розмір гранули, мм	λ_r експ-нт, Вт/(м·К)·Ом·м	λ_r розрах., Вт/(м·К)·Ом·м	Відносне відхилення, %
100	7	0,000441	0,000439	0,46
200	7	0,000376	0,000388	3,22
300	7	0,000345	0,000361	4,52
400	7	0,000348	0,000357	2,56
500	7	0,000378	0,000377	0,10
600	7	0,000425	0,000421	0,92
700	7	0,000492	0,000488	0,83
800	7	0,000579	0,000579	0,04
900	7	0,000692	0,000693	0,26
100	5	0,000375	0,000386	2,89
200	5	0,000330	0,000346	4,82
300	5	0,000325	0,000324	0,10
400	5	0,000339	0,000320	5,54
500	5	0,000369	0,000333	9,74
600	5	0,000406	0,000364	10,43
700	5	0,000454	0,000412	9,18
800	5	0,000513	0,000478	6,77
900	5	0,000593	0,000561	5,36
100	3	0,000413	0,000422	2,17
200	3	0,000347	0,000377	8,71
300	3	0,000307	0,000344	12,11
400	3	0,000287	0,000324	12,79
500	3	0,000274	0,000316	15,34
600	3	0,000282	0,000321	13,91
700	3	0,000303	0,000339	11,87
800	3	0,000337	0,000370	9,87
900	3	0,000384	0,000414	7,68
100	1	0,000550	0,000549	0,05
200	1	0,000445	0,000480	7,85
300	1	0,000384	0,000419	9,19
400	1	0,000351	0,000368	4,87
500	1	0,000326	0,000327	0,14
600	1	0,000301	0,000294	2,40
700	1	0,000279	0,000271	2,95
800	1	0,000262	0,000256	2,09
900	1	0,000250	0,000252	0,45

ДОДАТОК Ж

Результати числового моделювання температурних полів в печі графітування

Таблиця Ж.1. 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
Тривалість кампанії, год / Вага садки, т	73,78 / 91,92			
Продуктивність, т/год / ПВЕ, кВт·год/т	1,246 / 6522			
Максимум мінімальної температури $t_{\min.}$, °C	2451	2900	2831	2451
Максимум максимальної температури, $t_{\max.}$, °C	3210	3210	3142	3061
Максимум середньої об'ємної температури $t_{\text{ср.}}$, °C	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 $t < 900$ °C, К/год	99	99	87	93
Максимальна швидкість росту температури для $t = 900 \dots 1200$ °C, К/год	97	97	56	76
Максимальна швидкість росту температури для $t = 1200 \dots 1700$ °C, К/год	100	100	72	72
Максимальна швидкість росту температури для $t = 1700 \dots 2200$ °C, К/год	97	97	85	78
Максимальна швидкість росту температури для $t = 2200 \dots 2500$ °C, К/год	95	95	74	64
Максимальна швидкість росту температури для $t > 2500$ °C, К/год	70	70	56	46
Швидкість росту мінімальної температури на кінець кампанії, К/год	12	8	12	12
Витримка при середній об'ємній температурі понад 2500 °C 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 рахунку стіна/підлога/торець, °C	1613/2220/1646			
ККД печі, %	24,94			

Таблиця Ж.2. 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
Тривалість кампанії, год / Вага садки, т	74,53 / 91,92			
Продуктивність, т/год / ПВЕ, кВт·год/т	1,233 / 6504			
Максимум мінімальної температури $t_{\min}$, °C	2685	2872	2982	2685
Максимум максимальної температури, $t_{\max}$, °C	3322	3295	3322	3270
Максимум середньої об'ємної температури $t_{\text{ср}}$, °C	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 $t < 900$ °C, К/год	102	102	86	94
Максимальна швидкість росту температури для $t = 900 \dots 1200$ °C, К/год	148	148	98	113
Максимальна швидкість росту температури для $t = 1200 \dots 1700$ °C, К/год	148	148	99	120
Максимальна швидкість росту температури для $t = 1700 \dots 2200$ °C, К/год	112	112	103	110
Максимальна швидкість росту температури для $t = 2200 \dots 2500$ °C, К/год	102	102	99	99
Максимальна швидкість росту температури для $t > 2500$ °C, К/год	89	89	89	87
Швидкість росту мінімальної температури на кінець кампанії, К/год	8	4	4	8
Витримка при середній об'ємній температурі понад 2500 °C 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 рахунку стіна/підлога/торець, °C	1353 / 1324 / 1525			
ККД печі, %	28,23			

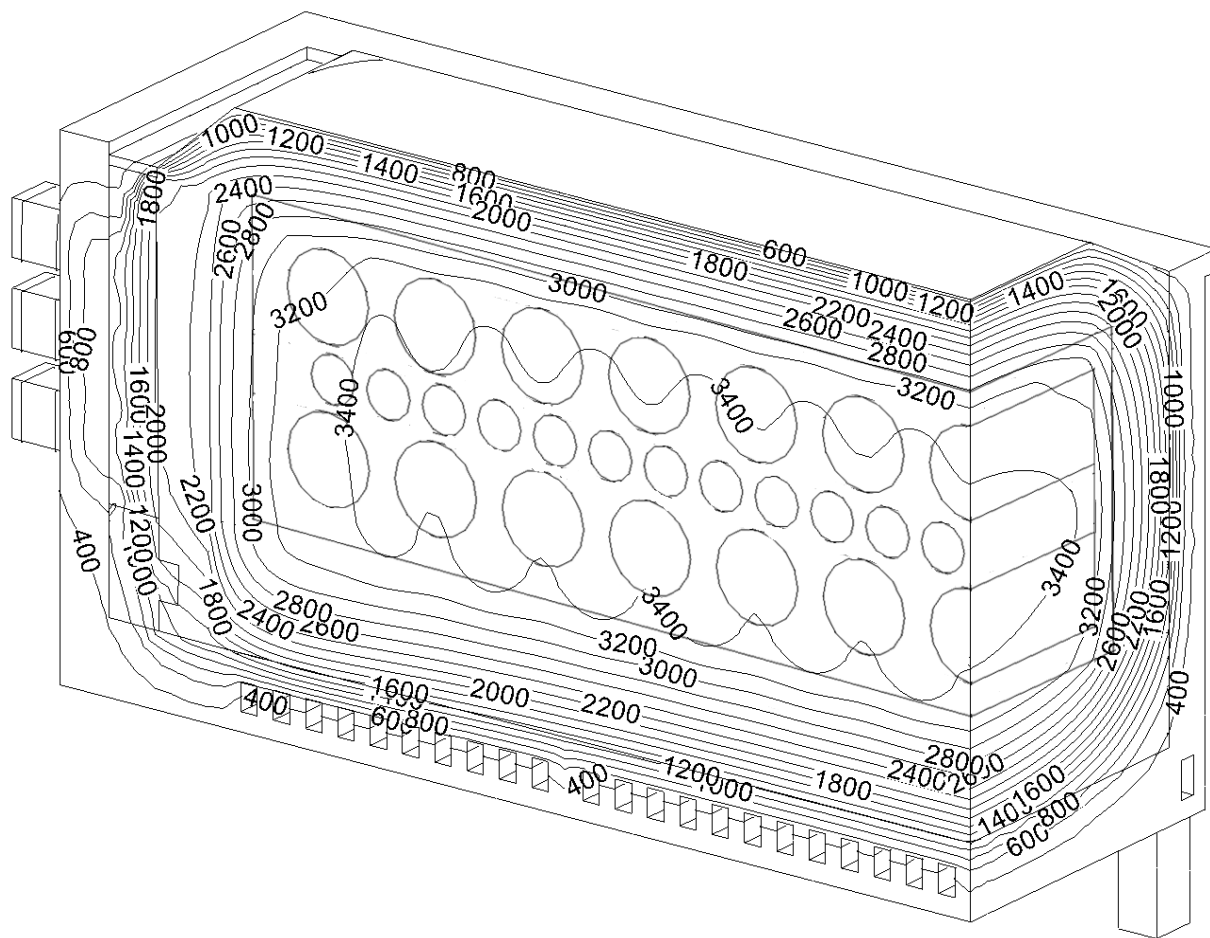


Рис. Ж.1. Розподіл температури (К) у печі графітування Ачесона за використання у якості теплоізоляції суміші вологого (24 %) сирого / графітованого коксу 50/50 % фракції 0–2 мм

СПИСОК ВИКОРИСТАНИХ ДЖЕРЕЛ

1. *Агроскин А.А.* Химия и технология угля / А.А. Агроскин. — М. : Недра, 1969. — 240 с.
2. *Мордасов Д.М.* Технические измерения плотности сыпучих материалов: Учеб. Пособие / Д.М. Мордасов, М.М. Мордасов. — Тамбов: Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2004. — 80 с.
3. *Агроскин А.А.* Теплофизика твердого топлива / А.А. Агроскин, В.Б. Глейбман. — М. : Недра, 1980. — 256 с.
4. *Лутков А.И.* Тепловые и электрические свойства углеродных материалов / А.И. Лутков. — М. : Metallurgia, 1990. — 175 с.
5. *Кузнецов Д.М.* Процесс графитации углеродных материалов. Современные методы исследования: Монография / Д.М. Кузнецов, В.П. Фокин. — Новочеркасск: Южно-Российский государственный технический университет, 2001. — 132 с.
6. *Разработка* математической модели промышленного процесса графитации с целью его оптимизации и усовершенствования: отчет о НИР ГосНИИЭП, Инв. № 02850062203 / Сб.реф. НИР и ОКР, ВНИЦентр. — серия 17. — 1986. — № 15. — реферат 61.86.165.
7. *Чарыкова Л.Н.* Зависимость теплопроводности сыпучих углеродистых материалов различного грансостава от температуры и давления / Л.Н. Чарыкова, Н.И. Чичулин, Е.И. Евсеев // Техника и технология графитированных электродов: Сб. научн. тр., Вып. 4 — Челябинск: ГосНИИЭП, 1972. — С. 47—53.
8. *Чичулин Н.И.* 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.
9. *Чудновский А.Ф.* Теплофизические характеристики дисперсных материалов / А.Ф. Чудновский. — М. : Физматгиз, 1962. — 456 с.
10. *Агроскин А.А.* Физические свойства углей / А.А. Агроскин. — М. : Metallurgizdat, 1961. — 311 с.
11. *Веселовский В.С.* Угольные и графитные конструкционные материалы / В.С. Веселовский — М. : Наука, 1966. — 227 с.
12. *Павлов Н.Н.* Неорганическая химия / Н.Н. Павлов. — М. : Высшая школа, 1986. — 256 с.
13. *Займан Дж.* Электроны и фононы. Теория явления переноса в твердых телах / Дж. Займан. — М. : Изд. ин. лит., 1962. — 488 с.
14. *Берман Р.* Теплопроводность твердых тел / пер. с англ. Л.Г. Асламазова, под ред. В.З. Крестина. — М.: Мир, 1979. — 288 с.
15. *Поликристалл* // Большая Советская Энциклопедия: у 30-ти т. — Т. 27. / А.М. Прохорова (гл. ред.), Ю.И. Полянский, В.Н. Шиманский. — 3-е изд. — М. : Советская Энциклопедия, 1977. — 624 с.
16. *Миснар А.* Теплопроводность твердых тел, жидкостей, газов и их композиций / А. Миснар. — М. : Мир, 1968. — 464 с.
17. *Агроскин А.А.* Тепло- и температуропроводность каменноугольных коксов / А.А. Агроскин, В.Б. Глейбман, Е.И. Гончаров, М.Г. Скляр // Кокс и химия. — 1973. — № 5. — С. 21—24.

18. Wicke M. Spezifische Wärme, Wärme und Temperaturleitfähigkeit fester Brennst / M. Wicke, W. Peters // Chemie. — Brennst. — 1968. — Bd. 49, № 4. — P. 97—102.
19. Дульнев Г.Н. Теплопроводность смесей и композиционных материалов / Г.Н. Дульнев, Ю.П. Заричняк. — Л. : Энергия, 1974 — 264 с.
20. Дульнев Г.Н. Процессы переноса в неоднородных средах / Г.Н. Дульнев, В.В. Новиков. — Л. : Энергоиздат., 1991. — 248 с.
21. Григорьев В.А. Тепло— и массообмен. Теплотехнический эксперимент: Справочник / В.А. Григорьев, В.М. Зорин. — М. : Энергоиздат, 1982. — 512 с.
22. Петухов Б.С. Опытное изучение процессов теплопередачи / Б.С. Петухов. — М. : Госэнергоиздат, 1952. — 349 с.
23. Власов В.В. Теплофизические измерения / В.В. Власов, Ю.С. Шаталов, Е.Н. Зотов. — Тамбов: ВНИИРТМ, 1975. — 254 с.
24. Осипова В.А. Экспериментальное исследование процессов теплообмена / В.А. Осипова. — М. : Энергия, 1979. — 320 с.
25. 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.
26. Исаев К.Б. Теплофизические характеристики материалов в широких диапазонах температур и скоростей нагрева / К.Б. Исаев. — К.: Куприянова, 2008. — 240 с.
27. Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods. Vol.1. Survey of Measurement Techniques / Edit. K.D. Maglič, A. Cezairliyan and V.E. Petersky // Plenum Press. New York & London. — 1984. — XVI. — 789 p.
28. Филиппов Л.П. Измерение тепловых свойств твердых и жидких металлов при высоких температурах / Л.П. Филиппов. — М. : МГУ, 1967. — 326 с.
29. H Czichos. Springer Handbook of Materials Measurement Methods / Horst Czichos, Tetsuya Saito, Leslie Smith (Eds.). — Springer Science+Business Media, Inc., 2006. — 1209 p.
30. Новиков И.И. Прикладная термодинамика и теплопередача / И.И. Новиков, К.Д. Воскресенский. — М. : Госатомиздат, 1961. — 548 с.
31. Кондратьев Г.М. Тепловые измерения / Г.М. Кондратьев. — М. : Машгиз, 1957. — 244 с.
32. Фокин В.М. Энергоэффективные методы определения теплофизических свойств строительных материалов и изделий / В.М. Фокин, А.В. Ковылин, В.Н. Чернышов. — М. : Издательский дом «Спектр», 2011. — 156 с.
33. Баталов В.С. Одновременное определение теплофизических параметров твердофазовых веществ / В.С. Баталов // ИФЖ. — 1982. — Т. 42, № 6. — С. 1026—1027.
34. Гаврилов Р.Н. Метод определения теплофизических свойств горного массива без нарушения естественной структуры / Р.Н. Гаврилов, Н.Д. Никифоров // ИФЖ. — 1983. — № 6. — С. 1023—1024.
35. Гусева Л.И. Комплексные исследования теплофизических характеристик теплоизоляционно—теплозащитных материалов длительного и многоразового применения: авторефер. дис... канд. техн. наук. : 05.14.05 / Ленинградский ордена трудового красного знамени технологический институт холодильной промышленности. — М., 1981. — 20 с.
36. Кутателадзе С.С. Основы теории теплообмена / С.С. Кутателадзе. — Новороссийск: Наука, 1970. — 659 с.
37. СНиП 23—02—2003. Тепловая защита зданий. — М. : ФГУП ЦПП, 2004. — 76 с.
38. Охотин А.С. Теплопроводность твердых тел: Справочник / А.С. Охотин, Р.П. Боровикова, Т.В. Нечаева и др. — М.: Энергоатомиздат, 1984. — 320 с.
39. Димніч А.Х. Теплопровідність: навч. посібник для студентів техн. спец. вищ. навч. закладів / А.Х. Димніч, О.А. Троянський. — Донецьк : Норд—Прес, 2004. — 370 с.

40. *Платунов Е.С.* Теплофизические измерения в монотонном режиме / Е. С. Платунов. — Л. : Энергия, 1983. — 143 с.
41. *Литовский Е.Я.* Теплофизические свойства огнеупоров. Справочник / Е.Я. Литовский, Н.А. Пучкевич. — М. : Metallurgia, 1982. — 152 с.
42. *Пономарев С.В.* Теоретические и практические аспекты теплофизических измерений: в 2 т. Т. 1 / С.В. Пономарев, С.В. Мищенко, А.Г. Дивин. — Тамбов: Изд-во Тамб. гос. техн. ун-та, 2006. — 204 с.
43. *Годовский Ю.К.* Теплофизические методы исследования полимеров / Ю.К. Годовский. — М. : Химия, 1976. — 216 с.
44. *Зиновьев В.Е.* Теплофизические свойства металлов при высоких температурах / В.Е. Зиновьев. — М. : Metallurgia, 1989. — 400 с.
45. *ISO 8894-1:2010.* Refractory materials – Determination of thermal conductivity – Part 1: Hot-wire methods (cross-array and resistance thermometer). — In substitution ISO 8894-1:1987, putting into operation 01.04.1987. — ISO TC 33 Refractory material, 2010. — 8 p.
46. *ISO 8894-2:2007.* Refractory materials – Determination of thermal conductivity – Part 2: Hot-wire method (parallel). — In substitution ISO 8894-2:1990, putting into operation 15.11.1990. — ISO TC 33 Refractory material, 2007. — 20 p.
47. *Maglic K.D.* Compendium of Thermophysical Property Measurement Methods / K.D. Maglic, R.E. Taylor, K.D. Maglic, A. Cezairliyan, V.E. Peletsky (Eds.) // Recommended Measurement Techniques and Practices, Plenum Press, New York, 1992. — Vol. 2. — P. 281—314.
48. *Cezairliyan A.A* high-temperature laser-pulse thermal diffusivity apparatus / A. Cezairliyan, T. Baba, R. Taylor // Int. J. Thermophys. — 1994. — Vol. 15, № 2. — P. 317—341.
49. *Parker W.J.* 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, No 9. — P. 1679—1684.
50. *Алифанов О.М.* Основы идентификации и проектирования тепловых процессов и систем / О.М. Алифанов, П.Н. Вабищевич, В.В. Михайлов и др. — М. : Логос, 2001. — 400 с.
51. *Тихонов А.Н.* Методы решения некорректных задач / А.Н. Тихонов, В.Я. Арсений. — М. : Наука, 1979. — 284 с.
52. *ГОСТ 12170-85.* Огнеупоры. Стационарный метод измерения теплопроводности. — Взамен ГОСТ 12170-76 ; введ. 1985-04-22. — Москва : Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации ; М. : Изд-во стандартов, сор. 2003. — 6 с.
53. *Suvorov S.A.* Calorimetric thermal conductivity measurement for high-temperature materials / S.A. Su vorov, G.N. Kolesnikov // Refractories and Industrial Ceramics. — 2009. — Vol. 50, № 1. — P. 62—63.
54. *ISO 8302:1991.* Thermal insulation – Determination of steady-state thermal resistance and related properties – Guarded hot plate apparatus. — Putting into operation 01.08.1991. — ISO TC 163/SC 1 Testing and measurement, 1991. — 56 p.
55. *Цедерберг Н.В.* Теплопроводность газов и жидкостей / Н.В. Цедерберг. — М. : Энергоиздат, 1963. — 410 с.
56. *Фёдоров В.И.* Теплопроводность жидких солей / В.И. Фёдоров, В.И. Мачуев // Теплофиз. выс. температур. — 1970. — т. 8, № 4. — с. 912—914.

57. *Varlamov G.B.* Thermophysical and optical properties of fluoride crystals and melts / G.B. Varlamov, G.N. Vasil'chenko, V.I. Deshko, A.Ya. Karvatskii, O.E. Khlebnikov // High Temperatures – High Pressures. — 1989. — Vol. 21. — P. 647—656.
58. *Пат. на корисну модель 75170* України, кл. МПК G01N 25/18 (2006.01). Спосіб вимірювання теплопровідності матеріалу / Т.В. Чирка, Г.М. Васильченко; заявник і патентовласник НТУУ «КПІ». — № u 2012 05098 ; заявл. 24.04.2012 ; опубл. 26.11.2012, Бюл. № 22. — 2 с.
59. *Бордовский Г.А.* Физические основы математического моделирования / Г.А. Бордовский, А.С. Кондратьев, Д. Р. Чоудери. — М.: Изд. центр Академия, 2005. — 320 с.
60. *Карвацкий А.Я.* Применение численного моделирования для расчета энергобаланса алюминиевого электролизера / А.Я. Карвацкий, Г.Н. Васильченко, В.В. Билько // Промышленная теплотехника. — 2008. — Т. 30, № 2. — С. 33—40.
61. *Математичне моделювання температурних полів в експериментальній установці для визначення теплопровідності сипучих матеріалів* / Т.В. Чирка, Г.М. Васильченко, Ю.В. Дудник // Науково–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. — К. : Січкар, 2012. — С. 47—48.
62. *Панов Є.М.* Числове моделювання теплоелектричного стану алюмінієвих електролізерів / Є.М. Панов, А.Я. Карвацький, С.В. Лелека, І.В. Пулінець // Вісник НТУУ «КПІ». Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження : зб. наук. праць. — 2009. — № 2(4). — С. 59—65.
63. *Ландау Л.Д.* Электродинамика сплошных сред : [изд. 4-е, стереотипное.] / Л.Д. Ландау, Е.М. Лифшиц. — М. : Физматлит, 2003. — 656 с.
64. *Зенкевич О.* Метод конечных элементов в технике / О. Зенкевич ; пер. с англ. ; под ред. Б. Е. Победри. — М. : Мир, 1975. — 541 с.
65. *Сегерлинд Л.* Применение метода конечных элементов / Л. Сегерлинд; пер. с англ. А.А. Шестакова ; под ред. Б.Е. Победри. — М. : Мир, 1979. — 392 с.
66. *Поршнев С.В.* Компьютерное моделирование физических процессов с использованием пакета MathCAD / С.В. Поршнев. — М.: Горячая линия – Телеком, 2002. — 252 с.
67. *Метрология* планирования эксперимента. Сборник лабораторных работ / Т.П. Абомелик. — Ульяновск: УлГТУ, 2006. — 36 с.
68. *Белов Г.В.* Метрологическое обеспечение качества углеродных материалов / Г.В. Белов. — М. : Металлургия, 1992. — 256 с.
69. *Панов Е.Н.* Установка для измерения теплопроводности углеродных зернистых и порошковых материалов / Е.Н. Панов, Г.Н. Васильченко, В.М. Голчанская, Т.В. Чирка // Вісник НТУУ «КПІ». Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження. — 2011.— № 1(додаток). — С. 58—63.
70. *Установка для исследования теплопроводности сыпучих материалов до 1000 °С* / В.О. Зубченко, Ю.В. Дудник, Т.В. Чирка, Г.Н. Васильченко // Науково–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. — К. : Січкар, 2011. — С. 81—82.
71. *Автоматизация* установки для исследования теплопроводности сыпучих материалов / Ю.В. Дудник, Т.В. Чирка, Г.Н. Васильченко, С.В. Лелека, М.В. Коржик // Науково–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. — К. : Січкап, 2011. — С. 83—84.

72. *Зайдель А.Н.* Элементарные оценки ошибки измерений / А.Н. Зайдель. — Л. : Наука, 1968. — 96 с.

73. *Инженерные* методы расчёта погрешностей при выполнении лабораторных работ по курсам «Тепломассообмен» и «Техническая термодинамика» / сост. В.В. Босый, Г.Н. Васильченко, Е.Н. Панов. — К. : «КП», 1985. — 72 с.

74. *Преображенский В.П.* Теплотехнические измерения и приборы / В.П. Преображенский. — М. : Энергия, 1978. — 704 с.

75. *Рабинович С.Г.* Погрешность измерений / С.Г. Рабинович. — Л. : Энергия, 1978. — 262 с.

76. *Сергеев О.А.* Метрологические основы теплофизических измерений / О.А. Сергеев. — М. : Изд-во стандартов, 1972. — 154 с.

77. *Походун А.И.* Экспериментальные методы исследований. Погрешности и неопределенности измерений. Учебное пособие / А.И. Походун. — СПб: СПбГУ ИТМО, 2006. — 112 с.

78. *Елисеев В.Н.* Теоретическое и экспериментальное исследование погрешности измерения температур термодарами в теплоизоляционных материалах / В.Н. Елисеев, В.А. Соловов // ИФЖ. — 1983. — Т. 45, № 5. — С. 737—742.

79. *ДСТУ 2837-94 (ГОСТ 3044-94).* Преобразователи термоэлектрические. Номинальные статические характеристики преобразования. — Введ. 01.01.1997. — Киев : Государственный комитет стандартизации метрологии и сертификации Украины; К. : Изд-во стандартов, сор. 1997. — 238 с.

80. *Адлер Ю.П.* Планирование эксперимента при поиске оптимальных условий / Ю.П. Адлер, Е.В. Маркова, Ю.В. Грановский. — М. : Наука, 1976. — 279 с.

81. Белокопытов В.И. Организация эксперимента: Методические указания к практическим занятиям и курсовой работе по курсу «Организация эксперимента» для студентов специальности 110600 «Обработка металлов давлением» всех форм обучения / В.И. Белокопытов, С.В. Дранишников, Н.Н. Довженко // ГАЦМиЗ. — Красноярск, 2002. — 52 с.

82. *Тимошенко Г.М.* Теория инженерного эксперимента: Учеб. пособие / Г.М. Тимошенко, П. Ф. Зима. — К. : УМК ВО, 1991. — 124 с.

83. *Лежнюк П.Д.* Основи теорії планування експерименту / П.Д. Лежнюк, О.Є. Рубаненко, Ю.В. Лук'яненко. — Вінниця: ВНТУ, 2006. — 167 с.

84. *Бояршинова А.К.* Теория инженерного эксперимента: текст лекций / А.К. Бояршинова А.С. Фишер. — Челябинск: Изд-во ЮУрГУ, 2006. — 85 с.

85. *Зедгинидзе И.Г.* Планирование эксперимента для исследования многокомпонентных систем / И.Г. Зедгинидзе. — М. : Наука, 1976. — 390 с.

86. *Гальперин Б.С.* Непроволочные резисторы / Б.С. Гальперин. — Л. : Энергия, 1968. — 284 с.

87. *ГОСТ 23776–79.* Изделия углеродные. Методы измерения удельного электрического сопротивления. — Введ. 1982–01–01. — Москва : Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации ; М. : Изд-во стандартов, сор. 2011. — 12 с.

88. *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.

89. Пат. на корисну модель 73402 України, кл. МПК G01R 27/02 (2006.01). Спосіб вимірювання питомого електричного опору вуглецевих матеріалів при високих

температурах / Т.В. Чирка, Г.М. Васильченко, Ю.В. Дудник ; заявник і патентовласник НТУУ «КПІ». — № u 2012 02097 ; заявл. 23.02.2012 ; опубл. 25.09.2012, Бюл. № 18. — 2 с.

90. Пат. на корисну модель 73401 України, кл. МПК G01R 27/02 (2006.01). Установка для вимірювання питомого електричного опору вуглецевих матеріалів при високих температурах / Т.В. Чирка, Г.М. Васильченко, Ю.В. Дудник ; заявник і патентовласник НТУУ «КПІ». — № u 2012 02096; заявл. 23.02.2012 ; опубл. 25.09.2012, Бюл. № 18. — 3 с.

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

92. Установка для визначення питомого електричного опору вуглецевих матеріалів / Т.В. Чирка, Г.М. Васильченко, Ю.В. Дудник // XIV міжнародна науково – практична конференція студентів, аспірантів та молодих вчених «Екологія. Людина. Суспільство», 18–22 травня 2011 р. : зб. доп. — К. : НТУУ «КПІ», 2011. — С. 212—213.

93. Чалых Е.Ф. Технология углеграфитовых материалов / Е.Ф. Чалых. — М. : Metallurgizdat, 1963. — 304 с.

94. Чалых Е.Ф. Обжиг электродов / Е.Ф. Чалых. — М. : Metallurgiya, 1981. — 116 с.

95. Санников А.К. Производство электродной продукции / А.К. Санников, А.Б. Сомов, В.В. Ключников и др. — М. : Metallurgiya, 1987. — 187 с.

96. Шулепов С.В. Физика углеграфитовых материалов / С.В. Шулепов. — М. : Metallurgiya, 1972. — 256 с.

97. Панов Е.Н. Результаты исследования теплопроводности дисперсных углеродных материалов / Е.Н. Панов, В.В. Буряк, В.М. Голчанская, Т.В. Чирка // Вісник НТУУ «КПІ». Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження. — 2011.— № 1 (додаток). — С. 63—67.

98. Влияние свойств сыпучих материалов на энергоёмкость получения электродной продукции / С.В. Кутузов, В.В. Буряк, В.В. Деркач, А.В. Павелко, Е.Н. Панов, А.Я. Карвацкий, Г.Н. Васильченко, С.В. Лелека, Т.В. Чирка, Т.В. Лазарев // IV Межд. конгресс : «Цветные металлы», (Красноярск, Россия, Сент. 5—7, 2012) : Сб. докл. : «Версо», 2012. — С. 921—928.

99. Кутузов С.В. Экспериментальное определение теплопроводности однокомпонентной шихты угольных материалов в диапазоне температур от комнатных до 1000 °С / С.В. Кутузов, Т.В. Чирка, В.В. Деркач, Г.Н. Васильченко, С.В. Лелека // Вісник НТУУ «КПІ». Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження. — 2011.— № 1 (додаток). — С. 67—70.

100. Теплоізоляційні матеріали / А.О. Маловацький, Ю.В. Дудник, Т.В. Чирка, Г.М. Васильченко // XV міжнародна науково – практична конференція студентів, аспірантів та молодих вчених «Екологія. Людина. Суспільство», 28–30 вересня 2012 р. : зб. доп. — К. : НТУУ «КПІ», 2012. — С. 131—132.

101. Чирка Т.В. Дослідження теплопровідності вуглецевих матеріалів / Т.В. Чирка // Восточно-Европейский журнал передвых технологий. — 2012. — № 4. — С. 9—14.

102. Панов Е.Н. Теплопроводность углеродных материалов / Е.Н. Панов, С.В. Кутузов, Г.Н. Васильченко, Т.В. Чирка // Новые огнеупоры. — 2013. — № 1. — С. 43—48.

103. Кутузов С.В. Теплопроводность сырого и графитированного кокса / С.В. Кутузов, Е.Н. Панов, Г.Н. Васильченко, С.В. Лелека, Т.В. Чирка // Огнеупоры и техническая керамика. — 2013. — № 3. — С. 29—33.

104. Панов Е.Н. Экспериментальное определение удельного электросопротивления однокомпонентной шихты угольных материалов в диапазоне температур от комнатных до

1000 °C / Е.Н. Панов, В.В. Деркач, Т.В. Чирка, Г.Н. Васильченко, С.В. Лелека // Вісник НТУУ «КПІ». Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження. — 2011.— № 1(додаток). — С. 71—76.

105. *Ахметшин Н.Ф.* 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.

106. *Знамеровский В.Ю.* Влияние удельного электросопротивления пересыпки на температурный режим печи графитации / В.Ю. Знамеровский, В.В. Яшкина // Цветные металлы. — 1985. — № 2. — С. 39—41.

107. *Кутузов С.В.* Результаты исследования электросопротивления дисперсных углеродных материалов / С.В. Кутузов, Г.Н. Васильченко, Т.В. Чирка, Т.А. Дыбка // Вісник НТУУ «КПІ»: Хімічна інженерія, екологія та ресурсозбереження. — 2011.— № 1 (додаток). — С. 76—82.

108. *Чирка Т.В.* Електричні властивості вуглецевих матеріалів / Т.В. Чирка // Восточно-Европейский журнал передвых технологий. — 2012. — № 5. — С. 37—41.

109. *Буряк В.В.* Удельное электрическое сопротивление углеродных материалов / В.В. Буряк, Г.Н. Васильченко, Т.В. Чирка, С.М. Константинов // Новые огнеупоры. — 2013. — № 5. — С. 48—52.

110. *Калашников С.Г.* Электричество / С.Г. Калашников. — М. : ФИЗМАТЛИТ, 2004. — 624 с.

111. *Сивухин Д.В.* Общий курс физики: В 5 т. Т III. Электричество / Д.В. Сивухин. — М.: ФИЗМАТЛИТ; Изд-во МФТИ, 2004. — 654 с.

112. *Powell R.W.* Industr. Carbon a. Graphite, Society of Chemical Industry, London. — 1958. — Р. 46.

113. *Виргильев Ю.С.* 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. — М. : Металлургия, 1970. — С. 94—98.

114. *Фиалков А.С.* Углеграфитовые материалы / А.С. Фиалков. — М.: Энергия, 1979. — 320 с.

115. *Кузин Б.М.* Результаты испытания новых схем загрузки электродов и применение унифицированной теплоизоляционной шихты в графитировочных печах / Б.М. Кузин, В.М. Белоусова, Г.Ф. Булатова // Вопросы графитации углеродистых материалов: Сб. научн. тр., Ч. 1. — М. : Цветметинформация, 1968. — С. 57—69.

116. *Чичулин Н.И.* Применение безпесочной теплоизоляционной шихты в печах графитации / Н.И. Чичулин, О.В. Мокрушина, Схнов О.М. // Совершенствование технологии и улучшение качества электродной продукции: Сб. научн. тр., Вып. 8. — Челябинск: ГосНИИЭП, 1976. — 69—73 с.

117. *Камята Тацуми.* Снижение энергоемкости процесса графитации / Камята Тацуми // SE энерджи. — V.32. №2. — Р. 57 (Яп.).

118. *Соседов В.П.* Экспериментальное определение температурных полей керна печи графитации углеродных материалов / В.П. Соседов, Г.Н. Матющенко, М.А. Авдеенко // Конструкционные материалы на основе графита: Сб. научн. тр., Вып. 10. — М. : Металлургия, 1975. — С. 42—47.

119. *Знамеровский В.Ю.* Математическое моделирование процесса графитации / В.Ю. Знамеровский. — М. : Металлургия, 1994. — 64 с.

120. Повышение эффективности теплоизоляционной шихты печей графитации Ачесона / С.В. Кутузов, В.В. Буряк, В.В. Деркач, Е.Н. Панов, А.Я. Карвацкий, Г.Н. Васильченко, С.В. Лелека, Т.В. Чирка, Т.В. Лазарев // Международная конференция огнеупорщиков и металлургов (Москва, Россия, 14–15 марта, 2013) : Новые огнеупоры. — 2013. — № 3. — С. 76—79.
121. Power saving at production of electrode products / Ye.N. Panov, S.V. Kutuzov, A.Ya. Karvatsky, I.L. Shilovich, G.N. Vasilchenko, T.B. Shilovich, S.V. Leleka, S.V. Danilenko, I.V. Pulinets, T.V. Chirka, T.V. Lazarev // XVII Intern. Conf. «Aluminium of Siberia», V Conference «Metallurgy of Non-Ferrous and Rare Metals», VII Symposium «Gold of Siberia», (Krasnoyarsk, Russia, Sept. 7–9, 2011) : Proceedings of the Intern. Congress, Krasnoyarsk : «Verso», 2011. — P. 412—423.
122. Карвацкий А.Я. Теоретические и экспериментальные исследования теплоэнергетического и механического состояния высокотемпературных агрегатов : моногр. / А.Я. Карвацкий, Е.Н. Панов, С.В. Кутузов, С.В. Лелека и др. — К. : НТУУ «КПИ», 2012. — 356 с.
123. Плиты ШПГТ–450 // ООО «УкрНИИЭлектротерм». — Запорожье, 2013. — Режим доступа: <http://www.niiterm.com/index.php/teploizolyatsiya/21-production/vysokotemperaturnaya-voloknistaya-izolyatsiya/72-plity-shpgt-450.html>. — Назва з екрану.
124. PROMASIL –1000, –1000 Р и –1100 легкие изоляционные плиты из силиката кальция, ТК 1000–1100 °С // Promat – промышленная теплоизоляция. — Москва, 2013. — Режим доступа: http://www.promat.ru/twd/prod/promasil_1000.htm. — Назва з екрану.
125. ГОСТ 15130–86. Стекло кварцевое оптическое. Общие технические условия. — Взамен ГОСТ 15130–79; введ. 01.01.1988. — Москва : Межгос. совет по стандартизации, метрологии и сертификации ; М. : Изд-во стандартов, сор. 1999. — 31 с.
126. Пат. на корисну модель 91145 України, кл. МПК G01R 27/02 (2006.01). Установка для вимірювання питомого електричного опору вуглецевих матеріалів при високих температурах / Г.М. Васильченко, А.Я. Карвацкий, Т.В. Чирка, А.О. Маловацький; заявник і патентовласник НТУУ «КПІ». — № у 2013 15538; заявл. 30.12.2013; опубл. 25.06.2014, Бюл. № 12. — 2 с.
127. Пат. на корисну модель 93166 України, кл. МПК G01R 27/02 (2006.01). Установка для вимірювання питомого електричного опору вуглецевих матеріалів при високих температурах / Г.М. Васильченко, Т.В. Чирка, Т.В. Лазарев, А.О. Маловацький; заявник і патентовласник НТУУ «КПІ». — № у 2014 02290; заявл. 06.03.2014; опубл. 25.09.2014, Бюл. № 18. — 3 с.
128. Панов Е.Н. Оценка теплопроводности по величине удельного электрического сопротивления для сыпучих углеродных материалов / Е. Н. Панов, Г. Н. Васильченко, Т. В. Чирка, Т. В. Лазарев // Металлургическая и горнорудная промышленность. — 2013. — №5. — С. 5—9.
129. Дослідження теплопровідності та питомого електричного опору кам'яновугільного коксу та їхній вплив на температурні поля в печі графітування Ачесона / Т.В. Чирка, Г.М. Васильченко, А.Я. Карвацкий, С.В. Лелека, С.М. Константинов // Промышленная теплотехника. — 2013. — Том 35, № 7. — С. 45 — 53.
130. Влияние давления на эффективную теплопроводность и удельное электрическое сопротивление каменноугольного кокса / Е. Н. Панов, Г. Н. Васильченко, С. М. Константинов, Т. В. Чирка // Кокс и химия. — 2014. — № 3. — С. 27—31.
131. Удельное электрическое сопротивление углеродных материалов / В. В. Буряк, Г. Н. Васильченко, Т. В. Чирка [и др.] // Новые огнеупоры. — 2013. — № 5. — С. 48—52.

132. *Making the Heat-Insulating Charge of Acheson Graphitization Furnaces More Efficient* / E. N. Panov, A. Ya. Karvatskii, G. N. Vasil'chenko, S. V. Leleka, T. V. Chirka, T. V. Lazarev // *Refractories and Industrial Ceramics*. — 2014. — Vol. 55, No. 1. — P. 15—16.
133. Specific electrical resistance of carbon materials / G.N. Vasil'chenko, T.V. Chirka // *Refractories and Industrial Ceramics*. — 2013. — Vol. 54, Issue 3. — P. 215—219.
134. *Thermal* conductivity of carbon-based materials / G.N. Vasil'chenko, T.V. Chirka, E.N. Panov // *Refractories and Industrial Ceramics*. — 2013. — Vol. 54, Issue 1. — P. 39—43.
135. *Influence* of Pressure on the Effective Thermal Conductivity and Electrical Resistivity of Coke / E. N. Panov, G. N. Vasil'chenko, T. V. Chirka // *Coke and chemistry*. — 2014. — Vol. 57, No. 3. — P. 112—116.

ЗМІСТ

Вступ	3
Перелік умовних позначень символів, одиниць, скорочень і термінів.....	5
1. Сучасний стан проблеми дослідження теплопровідності та електропровідності сипучих вуглецевих матеріалів.....	8
1.1. Характеристика сипучого вуглецевого матеріалу.....	8
1.2. Теплофізичні властивості кам'яновугільного коксу.....	8
1.3. Теоретичні методи визначення коефіцієнта теплопровідності.....	12
1.4. Експериментальні методи визначення коефіцієнта теплопровідності.....	17
1.5. Установки для визначення коефіцієнта теплопровідності матеріалів	26
1.5. Висновки і завдання досліджень	28
2. Розроблення установки та методики дослідження теплопровідності	30
2.1. Задачі, що передбачають створення дослідної установки та методики	30
2.2. Методика вимірювання коефіцієнта теплопровідності	30
2.3. Фізична, математична модель та числовий розрахунок температурних полів розроблюваної установки	33
2.4. Конструкція установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності	40
2.5. Методика проведення експерименту та обробки експериментальних даних	44
2.6. Автоматизація експериментальних досліджень	47
2.7. Оцінка систематичної похибки визначення коефіцієнта теплопровідності	51
2.8. Налагоджувальні дослідження установки для вимірювання коефіцієнта теплопровідності.....	57
2.9. Планування експерименту	63
2.10. Висновки	67
3. Установка та методика для дослідження електропровідності (питомого електричного опору).....	69
3.1. Передумови розроблення установки для вимірювання питомого електричного опору.....	69
3.2. Методика вимірювання питомого електричного опору	69
3.3. Конструкція установки для вимірювання питомого електричного опору.....	70
3.4. Оцінка похибки вимірювання питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів та налагоджувальні дослідження.....	74
3.5. Висновки	79
4. Результати дослідження теплопровідності та питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів та їх використання для визначення теплоелектричного стану печі графітування	80
4.1. Дослідження теплопровідності вуглецевих матеріалів.....	80
4.2. Дослідження питомого електричного опору вуглецевих матеріалів.....	95
4.3. Кореляційний зв'язок між коефіцієнтом теплопровідності та питомим електричним опором	102
4.4. Застосування результатів вимірювань для числового аналізу теплоелектричного стану печі графітування Ачесона	108
4.5. Висновки.....	116
Висновки	118
Додаток А. Фізичні властивості матеріалів дослідних установок	120
Додаток Б. Таблиці даних коефіцієнта теплопровідності стандартних зразків	122

Додаток В. Рототабельне центральне композиційне планування	123
Додаток Г. Результати вимірювання коефіцієнта теплопровідності сипучих вуглецевих матеріалів	133
Додаток Д. Результати вимірювання питомого електричного опору сипучих вуглецевих матеріалів	135
Додаток Е. Кореляційна залежність добутку коефіцієнта теплопровідності та ПЕО для коксу	136
Додаток Ж. Результати числового моделювання температурних полів в печі графітування	138
Список використаних джерел	141

Наукове видання

Чирка Тарас Всеволодович
Васильченко Геннадій Миколайович
Панов Євген Миколайович
Лелека Сергій Володимирович
Карвацький Антон Янович

**Фізичні властивості вуглецевих
сипучих матеріалів**

Монографія

В авторській редакції