

## ОПРЕДЕЛЕНИЕ ГРАНУЛОМЕТРИЧЕСКОГО СОСТАВА ПОРОШКОВ ПЫЛЕУГОЛЬНОГО ТОПЛИВА АВТОМАТИЗИРОВАННОЙ СИСТЕМОЙ

Черненко А.С.<sup>1</sup>, Контуш С.М.<sup>1</sup>, Зинченко А.С.<sup>2</sup>, Калинин В.В.<sup>1</sup>, Калугин В.В.<sup>3</sup>

<sup>1</sup>Одесский национальный университет имени И.И. Мечникова, г. Одесса, Украина

<sup>2</sup>ПАО Мариупольский металлургический комбинат имени Ильича, г. Мариуполь, Украина

<sup>3</sup>Физико-химический институт защиты окружающей среды и человека, г. Одесса, Украина  
e-mail: chernalex@ukr.net

*Описана методика определения гранулометрического состава сухих порошков теневым методом в автоматизированной системе определения дисперсности. Проведен дисперсный анализ частиц пылеугольного топлива. Сравнение с результатами цифровой микроскопии позволило установить ряд преимуществ используемой методики.*

**Ключевые слова:** дисперсность, распределение, размер, порошок, цифровая микроскопия.

### Введение

Технологические порошки различных веществ находят широкое применение в современной металлургии. Свойства порошков сильно зависят от размеров частиц. Соответственно весьма актуальной является задача измерения размеров частиц в порошках и функции распределения частиц по размерам. Классическим (прямым) методом проведения таких измерений является дисперсный микроскопический анализ, когда частицы порошка наносятся на прозрачную подложку (предметное стекло) и их размер определяется с помощью окулярной сетки подходящего микроскопа. Если необходимо определить функцию распределения частиц по размерам, проводятся измерения размеров большого числа частиц, и затем строится дифференциальная или интегральная кривая распределения частиц по размерам [1, 2]. Путем использования видеокамеры (цифрового фотоаппарата), присоединенной к окуляру микроскопа и подключенной к ЭВМ при наличии необходимого пакета программ резко увеличивается скорость микроскопического анализа.

Определение дисперсности пылеугольного топлива возможно с помощью распространенных на рынке лазерных счетчиков, например анализаторов фирм *Fritsch* и *Retsch*. В этих приборах регистрируется интенсивность света, рассеянного отдельными частицами и по амплитуде возникающих электрических импульсов опреде-

ляют размер частиц [3]. Такой методический подход известен как SPOS-метод – single particle optical sizing (оптический метод измерения размеров отдельных частиц). Здесь существуют определенные трудности. Во-первых, достаточно трудно перевести порцию порошка в аэрозольное состояние; во-вторых, частицы разной природы рассеивают свет по-разному из-за разницы в коэффициентах преломления света разными веществами. Главной особенностью большинства из них является одновременное представление счётной концентрации частиц в 3–6 размерных диапазонах, ширина которых довольно часто различаются по величине.

В данной работе используется принципиально иной лазерный теневой счетчик аэрозольных частиц АСОД-300 (автоматизированная система определения дисперсности), принцип работы которой сходен с имеющимися зарубежными аналогами [4]. Одним из преимуществ АСОД-300 является меньшая в несколько раз цена в сравнении с зарубежными аналогами [4]. Определение дисперсного состава твердых сыпучих порошков разной природы возможно как в автономном режиме, так и под управлением персонального компьютера при помощи прилагаемого программного обеспечения. Рабочие условия АСОД-300 лежат в пределах температур окружающей среды от +5 до +35 °С, относительной влажности от 60 до 80 %, атмосферного давления от 0,86 до 1,06 атм.

Целью данной работы являлась разработка методики определения дисперсности порошка пылеугольного топлива, вдуваемого в доменные печи, с помощью автоматизированной системы определения дисперсности и сравнение с результатами методом цифровой микроскопии.

### Устройство и принцип действия автоматизированной системы определения дисперсности

В применяемой автоматизированной системе определения дисперсности порошков производится прямое измерение размеров частиц по их тени, которая образуется при пересечении частицей тонкого светового (например, лазерного) луча (рисунок 1).

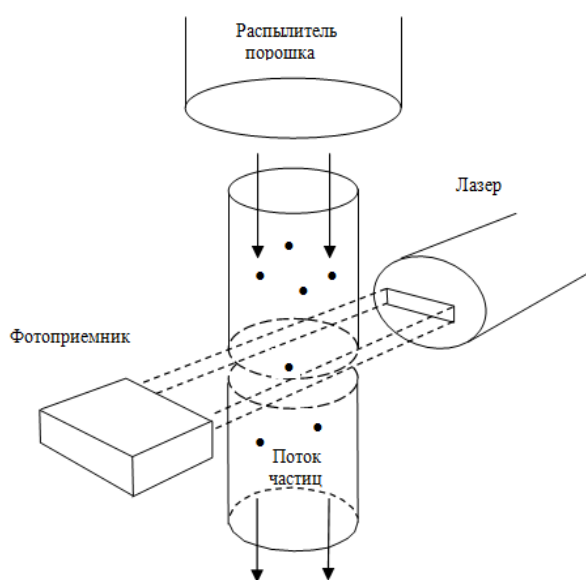


Рисунок 1 – Принципиальная схема измерений размеров частиц теневым методом

Ее использование позволяет определять дисперсность порошков, предварительно переводя порошок во взвешенное состояние, в диапазоне размеров от 5 до 300 мкм в виде гистограммы с шагом в 3 мкм. Именно частицы этого диапазона получают в валковой мельнице пылеугольного комплекса.

Схема измерительного блока системы приведена на рисунке 1. Он состоит из двух основных частей – фотоэлектрической ячейки измерения размеров частиц и дозатора-распылителя порошка. В фотоэлектрической ячейке диодный лазер создает плоский луч света, пересекающий поток воздуха с частицами. Этот поток света падает на фотоприемник (фотодиод), который

генерирует некоторую постоянную разность потенциалов. При пересечении одной частицей лазерного луча освещенность фотоприемника падает, и на входе регистрирующей схемы возникает короткий отрицательный импульс (рисунок 2). Если толщина светового луча больше диаметра частицы, то амплитуда этого импульса будет пропорциональна проекционному размеру частицы. В другом случае, когда размер частицы больше толщины луча, размер частицы можно определить по длительности отрицательного импульса освещенности (если принять скорость движения частицы постоянной).

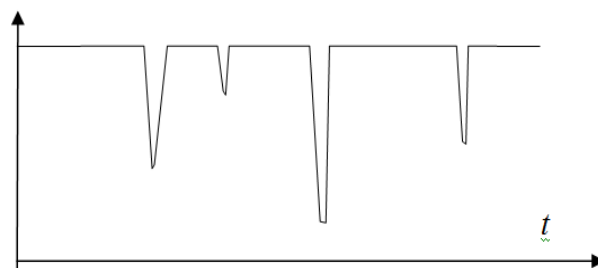


Рисунок 2 – Импульсные сигналы на фотоприемнике

Преимуществом данного метода является то, что при стабильной освещенности фотоприемника и известном сечении луча света величина уменьшения уровня сигнала дает напрямую информацию о размере частицы. Поэтому в отличие от других методов измерений система не требует калибровки, т.е. не требуется проверка ее работы с помощью порошков с известным распределением частиц по размерам.

Частицы порошка вводятся в фотоэлектрическую ячейку специальным распылителем-дозатором, который установлен над этой ячейкой. В нем из небольшой порции порошка с помощью центробежного устройства образуется аэрозоль, в которой полностью разрушены агрегаты частиц. Параметры распылителя выбраны таким образом, что счетная концентрация частиц в аэрозоли невелика. Как правило, при движении аэрозоли через фотоэлектрическую ячейку, пересекают световой луч лишь одиночные частицы. Вероятность одновременного пересечения луча двумя и более частицами пренебрежимо мала. Работа распылителя предусматривает возрастание скорости вращения центробежного устройства с целью отрыва от лопастей частиц более мелких фракций.

Блок дезагрегации и измерительный блок связываются друг с другом таким образом, что

выход дезагрегатора и вход измерительного блока соосны. Режим работы распылителя и измерительного блока задан так, что аэрозольное облако втягивается в счетный объем без искажений дисперсного состава пробы, что обеспечивает ее репрезентативность.

Приемный контейнер служит для сбора частиц порошка, проходящих измерительный блок при измерении или очистке. Наряду с фотоэлектрической ячейкой и распылителем-дозатором, система содержит электронный блок, регистрирующий сигналы от фотоприемника, и блок обработки электрических импульсов.

Полученные результаты в виде таблиц и гистограмм обновляются в процессе работы автоматизированной системы определения дисперсности и представляются на встроенном экране. Прилагаемое программное обеспечение позволяет, используя внешний компьютер, определить дифференциальную и интегральную функции распределения, средний размер и ряд других характеристик порошка. Это дает ряд преимуществ:

- более наглядное представление результатов измерений;
- сохранение и загрузка результатов в электронном виде с возможностью дальнейшей распечатки;
- проведение составных замеров с увеличением объема измеряемого образца;
- настройка параметров системы: числа измеряемых частиц (по умолчанию до 20000), нижнего и верхнего предела отображаемой шкалы в микрометрах, режима обновления гистограммы в онлайн-режиме через заданное значение числа измеряемых частиц, точности шкалы в мкм и др.

Основные параметры АСОД-300 представлены в таблице 1.

Получение отчета занимает для большинства случаев около 5 мин, для чего необходимо иметь небольшую порцию (до 500 мг) порошка. Он содержит общее число частиц трех эквивалентных размеров, характеризующих долю частиц в 10, 50 и 90 % меньших данного, а также гистограмму в графическом и табличном виде. В качестве примера (рисунок 3) представлен результат проведения дисперсного анализа для монодисперсного порошка диаметром 23 мкм, что показывает незначительную ( $23,2 \pm 0,8$  мкм) погрешность результатов АСОД-300.

Таблица

Технические характеристики АСОД-300

Напряжение питания, В	220
Потребляемая мощность, Вт	45
Диапазон измеряемых частиц, мкм	5–300
Относительная погрешность измерения размеров во всем диапазоне	5 %
Погрешность получения распределения по размерам	10 %
Количество загружаемой пробы, мм <sup>3</sup>	10–50
Время получения результата, мин	5–20
Регистрируемый параметр	эквивалентный диаметр
Вес измерительного блока, кг	6,6
Вес блока дезагрегации, кг	1,6
Габариты, мм	330 × 260 × ×320

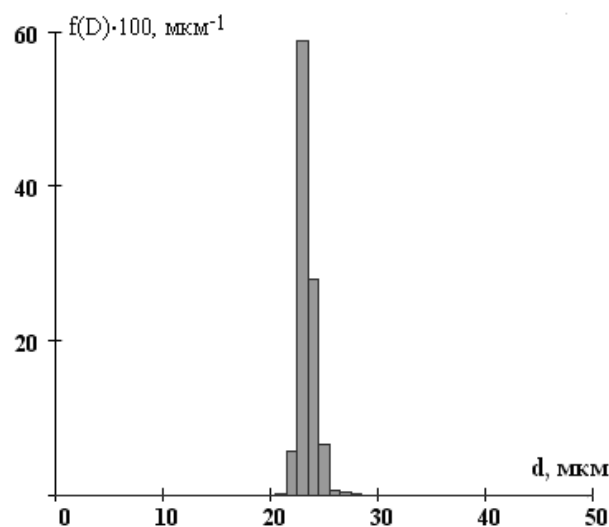


Рисунок 3 – Гистограмма распределения частиц по размерам для монодисперсного аэрозоля диаметром 23 мкм, полученного на АСОД-300

### Дисперсный анализ пылеугольного топлива

Большинство природных и искусственно получаемых аэрозолей обладает довольно значительной полидисперсностью. В связи с этим возникает необходимость найти распределение частиц по размерам, которое можно выразить несколькими способами. Анализ данного порошка производился на соответствие извест-

ным эмпирическим распределениям: Роллера и логнормального.

Логарифмически нормальное распределение применимо к большинству аэрозолей и описывает счетное распределение:

$$f(d) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \cdot d \cdot \ln \beta} \exp \left[ -\frac{(\ln d - \ln d_g)^2}{2 \ln^2 \beta} \right], \quad (1)$$

$$f(d) = \frac{1}{\sqrt{2\pi} \cdot d \cdot \ln \beta} \exp \left[ -\frac{(\ln d - \ln d_g)^2}{2 \ln^2 \beta} \right], \quad (2)$$

где  $d_g$  – средний геометрический размер частицы:  $\ln d_g = \overline{\ln d}$ , представляющий одновременно размер частиц, по которому все количество частиц делится на равные части;  $\beta$  – стандартное геометрическое отклонение  $(\ln \beta)^2 = \overline{(\ln d - \ln d_g)^2}$ .

Зависимость  $f(d)$  есть счетная дифференциальная кривая распределения размеров частиц и показывает счетную долю числа частиц, размеры которых лежат в пределах  $(d, d + \delta d)$ .

Для обработки данных часто используют счетные и массовые интегральные функции распределения  $F(d)$  и  $G(d)$ , показывающие долю частиц (по счету или по массе), обладающие диаметром меньше данной величины  $d$ .

Распределение Роллера применяется к большому числу промышленных порошкообразных материалов и описывает массовое распределение:

$$G(d) = a\sqrt{d} \exp \left( -\frac{s}{d} \right), \quad (3)$$

где  $a$  и  $s$  – параметры распределения.

Для обработки данных, полученных с АСОД-300, была написана программа, позволяющая быстро определять параметры этих распределений. Анализ проводился для полученного дифференциального распределения частиц исследуемого порошка общей численностью 10015 частиц (рисунок 4). В диапазоне 10–13 мкм наблюдался максимум на дифференциальной функции распределения, что объясняется особенностью работы АСОД-300 вно-

сить в эту фракцию все частицы, размеры которых меньше 10 мкм.

Для проверки на логнормальное распределение использовалась логарифмически вероятностная координатная сетка, позволяющая определить размеры частиц  $d_{0,841}$ ,  $d_{0,5}$ ,  $d_{0,159}$ . Они соответствуют диаметрам частиц, для которых доля частиц с размерами меньше данного, составляет 0,841, 0,5 и 0,159 соответственно.

Таким образом, средний размер  $d_g = d_{0,5}$  и соответствует размеру частицы, по которому все количество частиц делится на равные части. Определив экспериментально эти размеры, можно рассчитать  $\beta$  по формуле:

$$\beta = \frac{d_{0,841}}{d_{0,5}} = \frac{d_{0,5}}{d_{0,159}}. \quad (4)$$

В результате получены следующие характеристики пылеугольного топлива:  $d_{0,159} = 14,9$  мкм,  $d_{0,5} = 26,9$  мкм,  $d_{0,841} = 48,6$  мкм,  $\beta = 1,8$ . Подстановка этих параметров в распределение (1) показывает на его удовлетворительное описание полученных данных (рисунок 4).

При вдувании пылеугольного топлива в фурменный очаг доменной печи необходимо добиться доли частиц меньше 80 мкм около 70–90 %. При этом средний медианный размер частиц пыли обычно составляет 30–35 мкм [5, 6]. В этом варианте удается достигать высокой полноты его сгорания в фурменной зоне.

Для обработки массового распределения по размерам частиц использовалось общее число частиц и значение плотности ( $\rho = 810$  кг/м<sup>3</sup>), найденное с помощью пикнометра. После задания этих значений программа автоматически для каждой фракции диаметров производит расчет массовой доли и строит интегральную массовую функцию распределения (рисунок 4б). Обработка данного распределения производилась в предположении распределения Роллера (2), применяемого часто для промышленных порошкообразных веществ. В результате найдены следующие параметры в распределении (2):  $a = 0,10$  мкм<sup>-1,5</sup>,  $s = 56,2$  мкм.

Преимуществом данного метода получения массового распределения в сравнении со стандартным ситовым методом является значительно меньшее время, необходимое для получения результата.

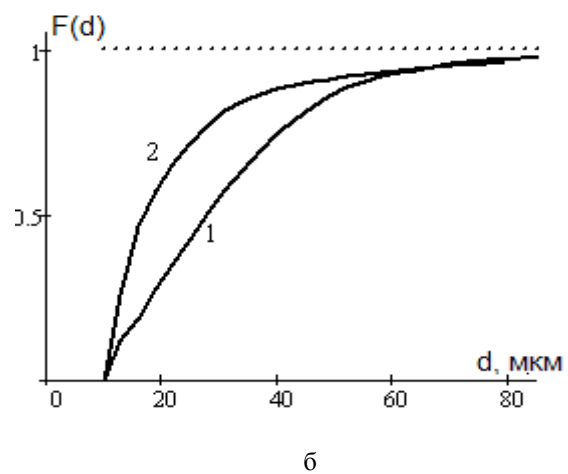
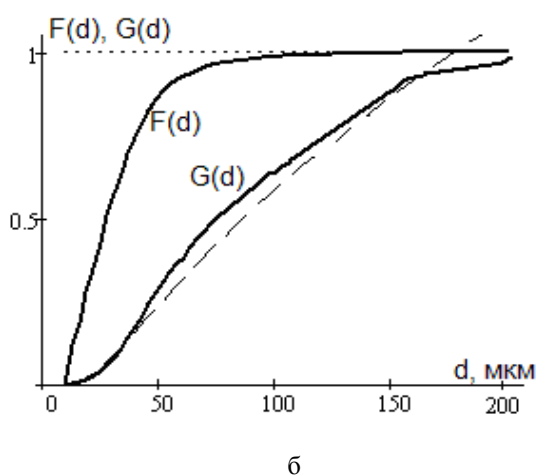
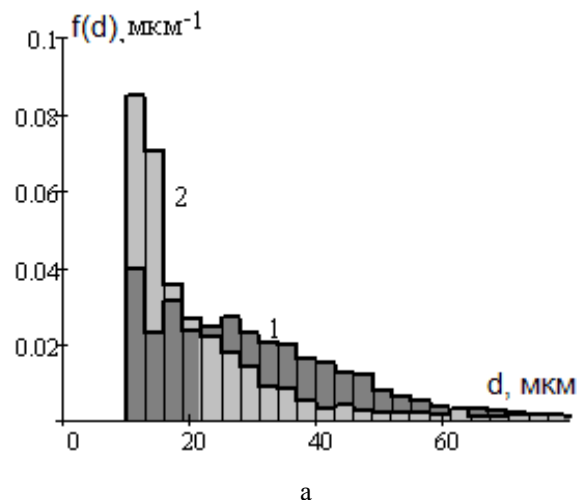
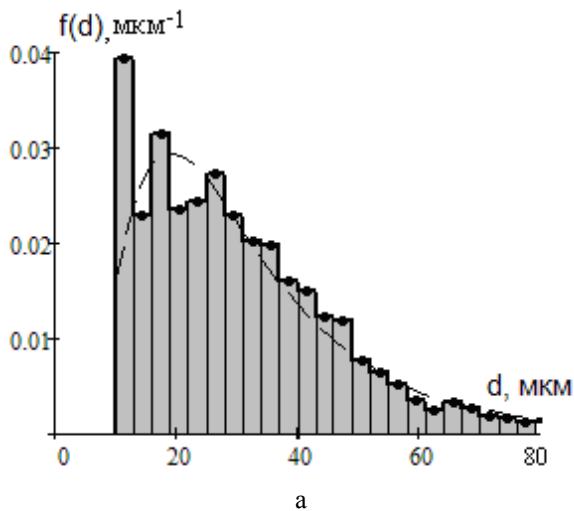


Рисунок 4 – Дифференциальные и интегральные распределения частиц пылеугольного топлива по размерам. Пунктир: а – логнормальное распределение, б – распределение Роллера

Рисунок 5 – Сравнение гистограмм (а) и интегральных распределений (б) частиц пылеугольного топлива по размерам, полученных на автоматизированной системе определения дисперсности (1) (темная зона) и методом цифровой микроскопии (2) (светлая зона)

Результаты по дисперсному анализу порошка пылеугольного топлива также получены методом цифровой микроскопии. Для этого использовался двухочувствительный микроскоп с прикрепленной к окуляру вебкамерой. Сигнал подавался на компьютер, где производилась фотосъемка и цифровая обработка результатов. При этом с целью сравнения двух методик накладывалось ограничение: распознавались лишь частицы с размеров больше 10 мкм (рисунок 5). Полученное распределение (для 1250 частиц) проверялось на возможность описания логнормальным распределением (1). В результате получены его характеристики:  $d_{0,5} = 17,0$  мкм,  $\beta = 2,2$ .

В результате использования цифрового микроскопа показано, что распределение смещено в область мелких частиц.

Данное расхождение можно объяснить тем фактом, что мелкие частицы очень хорошо коагулируют на поверхности крупных частиц, соединяются в крупные, образуя конгломераты.

Количественная доля таких частиц (меньше 10 мкм) очень высока, несмотря на то, что их массовая доля в порошке незначительна. При засыпке исследуемого порошка в дезагрегатор АСОДа очень мелкие частицы прилипают не только к более крупным частицам, но и к элементам дезагрегатора (например, лопастям вентилятора). На первой стадии работы АСОД скорость вращения центробежного устройства невелика. Поэтому прибор определяет размер крупных частиц, преимущественно более 20 мкм. После возрастания скорости вращения центробежного устройства и последующего отрыва от лопастей в распределение добавляется

информация о размерах частиц более мелких фракций. Относительная доля мелкой фракции таким образом оказывается уменьшенной, а крупной – увеличенной.

В то же время, несмотря на наличие большого числа частиц с размерами около 10 мкм, результаты по двум методикам имеют неплохое согласие.

### Заключение

Разработана методика определения дисперсности с помощью автоматизированной системы, работа которой основана на теновом методе.

С ее помощью проведен гранулометрический анализ порошка пылеугольного топлива:

– счетное распределение частиц угольной пыли по размерам удовлетворяет логарифмически нормальному закону;

– массовое распределение частиц по размерам хорошо описывается распределением Роллера;

– средний медианный размер частиц пылеугольного топлива составил 26,9 мкм.

Сравнение методик определения дисперсности с помощью автоматизированной системы и цифровой микроскопии показало хорошее согласование результатов по гранулометрическому составу порошков.

Преимуществом использования автоматизированной системы определения дисперсности является существенное уменьшение времени получения качественных и количественных результатов по определению гранулометрического состава порошков пылеугольного топлива.

### Список использованных источников

1. Коузов, П.А. Основы анализа дисперсного состава промышленных пылей и измельченных материалов / П. Коузов. – Л. : Химия, 1974. – 279 с.
2. Градус, Л.Я. Руководство по дисперсионному анализу методом микроскопии / Л.Я. Градус. – М. : Химия, 1979. – 232 с.
3. Беляев, С.П. Оптико-электронные методы изучения аэрозолей / С.П. Беляев [и др.]. – М. : Энергоиздат, 1981. – 232 с.
4. White, D.J. PSD measurement using the single particle optical sizing (SPOS) method / D.J. White // *Geotechnique*. – 2003. – Vol. 53, Issue 3. – P. 317–326.
5. Кочура, В.В. Методика определения степени сгорания пылеугольного топлива в доменных печах / В.В. Кочура [и др.] // *Металлург*. – 2013. – № 8. – С. 26–34.
6. Кочура, В.В. Исследование и оптимизация фракционного состава пылеугольного топлива, вдуваемого в горн доменных печей ПрАО «Донецксталь» – металлургический завод» / В.В. Кочура, С.Л. Ярошевский, В.В. Брага // *Научные труды ДонНТУ. Металлургия*. – 2011. – № 13. – С. 44–53.

---

## DETERMINATION OF GRANULOMETRIC COMPOSITION OF PULVERIZED COAL BY AUTOMATED SYSTEM

*Chernenko A.S.<sup>1</sup>, Kontush S.M.<sup>1</sup>, Zinchenko A.S.<sup>2</sup>, Kalinchak V.V.<sup>1</sup>, Kalugin V.V.<sup>3</sup>*

<sup>1</sup>Odessa I.I. Mechnikov national university, Odessa, Ukraine

<sup>2</sup>Ilyich Iron and Steel Works of Mariupol, Ukraine

<sup>3</sup>Physical-Chemical Institute for Environmental and Human Protection, Odessa, Ukraine  
e-mail: chernalex@ukr.net

**Abstract.** The method of granulometric composition determination of dry powders by a shadow method in the automated system of determination of quantitative structure is described. The granulometric analysis of coal-dust fuel particles is carried out. Comparison with results of digital microscopy allowed to establish a variety of used method advantages.

**Keywords:** dispersion, distributing, size, powder, digital microscopy.

**References**

1. Kouzov P.A. *Osnovy analiza dispersnogo sostava promishlennykh piley i izmelchionnykh materialov* [Bases for the analysis of the dispersible composition of industrial dust and crushed materials]. Leningrad, Chemistry Publ, 1974. 279 p. (in Russian).
2. Gradus L.Ya. *Rukovodstvo po dispersnomu analizu metodom mikroskopii* [Manual to analysis of a microscopy method]. Moskow, Chemistry Pupil., 1979. 232 p. (in Russian).
3. Belyaev S.P., Nikiforova N.K., Smirnov V.V., Tcheglov G.I. *Optiko-elektronnye metody izucheniya aerorozley* [Optical-electronic methods of studying of aerosols]. Moskow. Energopubl., 1981. 232 p. (in Russian).
4. White D.J. PSD measurement using the single particle optical sizing(SPOS) method // *Geotechnique*. 2003. Vol. 53, Issue 3. P. 317–326.
5. Kochura V.V., Yaroshevskiy S.L., Kупenko V.I. Mishin I.V. [Method of determination of combustion's degree of coal-dust fuel in blast furnaces] // *Metallurg*. 2013. № 8. P. 26–34.
6. Kochura V.V., Yaroshevskiy S.L., Braga V.V. [Research and optimization of the fractional composition pulverized coal, injected into a horn of blast furnaces PSC «Donetsk metallurgical plant»] // *Nauchnie trudi DonNTU. Metallurgiya*. 2011. № 13. P. 44–53.

*Поступила в редакцию 30.12.2014.*