УДК 622.33:537.312.51:543.573

О.С. Голынец, А.С. Сергеева, Н.А. Никонова, С.А. Эпштейн ПЕРСПЕКТИВЫ ПРИМЕНЕНИЯ ИНФРАКРАСНЫХ ТЕРМОГРАВИМЕТРИЧЕСКИХ ВЛАГОМЕРОВ ДЛЯ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ ВЛАГИ ТВЕРДОГО МИНЕРАЛЬНОГО ТОПЛИВА*

Рассмотрены основные преимущества применения инфракрасных термогравиметрических (ИК ТГ) влагомеров с различными типами источников ИК излучения для технического анализа твердого минерального топлива на предприятиях угледобывающей и углеперерабатывающей промышленности. Показана необходимость разработки межгосударственного стандарта на ИК ТГ метод определения общей влаги в углях бурых, каменных и антрацитах. Рассмотрена последовательность разработки экспрессной методики измерений для углей различных марок с использованием Государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2013. Описана процедура подбора температурных режимов высушивания. Проанализирована динамика нагрева проб углей под воздействием ИК излучения. Проведено сравнение результатов определения общей влаги твердого минерального топлива ИК ТГ методом с результатами измерения методами воздушно-тепловой сушки (ускоренным и до постоянной массы), и методом сушки в токе азота. Представлены данные, демонстрирующие существенное сокращение общего времени анализа углей при применении ИК ТГ влагомеров по сравнению со стандартизированными методиками измерений. Приведены окончательные режимы измерений на ИК ТГ влагомерах и метрологические характеристики разработанной экспрессной методики измерений.

Ключевые слова: твердое минеральное топливо, общая влага, инфракрасный термогравиметрический метод.

Одним из основных показателей качества углей, влияющих на их потребительские свойства, а, следовательно, и их стоимость, является содержание влаги (влажность). Содержащаяся в угле влага снижает его полезную массу при транспортных перевозках, приводит к смерзаемости угля в вагонах в зимнее время, увеличивает расход топлива в технологических процессах. Поэтому достоверность контроля содержания влаги является одним из определяющих факторов

при оценке качества углей в процессах его хранения и переработки, а также в расчетах стоимости угольной продукции.

При большом объеме технических анализов углей определение содержания влаги стандартными методами высушивания [1–4] требует значительных затрат времени, ручного труда, привлечения громоздкого сушильного оборудования. Поэтому в практике для оперативной оценки содержания влаги растет число применяемых ти-

^{*} Работа выполнена при финансовой поддержке ФЦП «Исследования и разработки по приоритетным направлениям развития научно-технологического комплекса России на 2014–2020 годы», мероприятие 1.2. Уникальный идентификатор прикладных научных исследований RFMEFI57514X0062.

пов экспрессных анализаторов, основанных на различных физико-химических методах: диэлькометрический. кондуктометрический, СВЧ-метод. ИК спектроскопия и другие. Среди них все большую популярность приобретают инфракрасные термогравиметрические (ИК ТГ) влагомеры, основанные на обезвоживании объекта измерений ИК с автоматическим непрерывным взвешиванием его массы в процессе сушки и индикацией результата измерения. Инфракрасный термогравиметрический метод определения содержания влаги, не требуют градуировки в отличие, например, от метода ИК-спектроскопии. Он значительно в меньшей степени, чем другие методы, подвержен влиянию изменчивости вещества и поэтому более универсален по отношению к веществам различных групп.

Конструктивно ИК ТГ влагомер состоит из: нагревательного элемента – источника ИК излучения, встроенного в крышку сушильной камеры; взвешивающего устройства; блока управления, обработки и отображения. Сокращение времени анализа при использовании ИК ТГ влагомера по сравнению с методами сушки обусловлено тем, что при проведении измерений стандартным методом сушки подвод тепла к материалу осуществляется горячим воздухом в камере сушильного шкафа, и, соответственно, происходит нагревание сначала

поверхности материала, а далее процессы тепломассопереноса зависят физико-химических характеристик высушиваемого материала. В то время как при сушке ИК излучением (спектр от 760 нм и до примерно 1 мм) эффективный нагрев материала достигается при совпадении максимума спектральной плотности падающего излучения с полосой наибольшего поглощения облучаемого материала. ИК источники, используемые в ИК ТГ влагомерах, отличаются способами генерирования излучения, диапазоном спектра, материалом, температурой и формой нагревателя [5]. Характеристики типов излучателей применяемых в настоящее время в соответствии с [6] приведены в табл. 1.

Воздействие поглошенного ИК излучения проявляется в нагреве, удалении влаги и физико-химических превращениях, возникающих внутри облучаемых веществ. Угли относятся к вешествам со сложным химическим составом, что обуславливает тружность определения содержания влаги. Поэтому использование ИК излучения для их нагрева при реализации ИК ТГ метода определения общей влаги требует экспериментального выбора параметров измерений (температуру и время высушивания, массу навески, критерий окончания анализа) для каждого типа источника ИК излучения. В связи с отсутствием единого нормативного документа на ИК

 Таблица 1

 Основные технические характеристики источников ИК излучения

Concentration in the interest in the contration					
Источники ИК излучения	Спектральная область излучения	Температура поверхности	Спектральные свойства		
ТЭН	2,8–4,3	400–750	Основная ИК область		
ИК лампа	>1,3	<1950	Ближняя ИК область		
Керамический нагреватель	2,8–5,0	310–750	Основная ИК область		
Галогенная лампа	< 1,4	<2200	Ближняя ИК область		
Кварцевый нагреватель	2,1	1100	Основная ИК область		

ТГ метод определения общей влаги в углях лаборатории, эксплуатирующие ИК ТГ влагомеры, вынуждены заниматься самостоятельной разработкой, оформлением и аттестацией методик измерений.

ФГУП «Уральский научно-исследовательский институт метрологии» (ФГУП «УНИИМ», Екатеринбург) является одним из национальных метрологических институтов, хранителем Государственного первичного эталона единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173–2013 [7] и автором стандарта на Государственную поверочную схему для средств измерений содержания влаги [8]. ФГУП «УНИИМ» с 1992 года занимается разработкой. совершенствованием и поддержанием на должном уровне метрологического обеспечения влагомеров серии MA производства фирмы «Sartorius». На сегодняшний день для ряда предприятий угледобывающей и углеперерабатывающей промышленности разработаны и аттестованы в соответствии с [9] методики измерений массовой доли влаги в углях каменных и продуктах их переработки с помощью ИК ТГ влагомеров МА-30, МА-35, MA 45, MA-150 фирмы «Sartorius» и измерителя влажности весового MJ-33 фирмы «Mettler Toledo».

В связи с ростом практики использования ИК ТГ влагомеров на предприятиях угледобывающей и углеперерабатывающей промышленности ФГУП «УНИИМ», ведущий секретариат Технического комитета Российской Федерации по стандартизации ТК 426 «Измерения влажности твердых веществ и материалов», на 2014 г. запланировал разработку стандарта «Угли бурые, каменные и антрацит. Инфракрасный термогравиметрический метод определения общей влаги», согласовав проведение

данной работы с ТК 179 «Твердое минеральное топливо».

Разработка метода измерений, оценка получаемых метрологических характеристик осуществлялась в лаборатории метрологии влагометрии и стандартных образцов ФГУП «УНИИМ». Прослеживаемость результатов измерений массовой доли влаги обеспечивается путем проведения соответствующих экспериментальных исследований на Государственном первичном эталоне единиц массовой доли и массовой (молярной) концентрации воды в твердых и жидких веществах и материалах ГЭТ 173-2013. Параллельно были проведены эксперименты в научно-учебной испытательной лаборатории «Физико-химии углей» Национального исследовательского технологического университета «МИСиС» (НУИЛ «Физико-химии углей» НИТУ «МИСиС»).

Перед началом разработки стандарта была осуществлена проверка стандартизованных методик рений влаги в углях с целью выбора арбитражного метода измерений (методики сравнения), который будет использоваться для установления режимов измерений и оценки показателей точности ИК ТГ метода. Общая влага угля может быть определена одно- или двухступенчатым методом в зависимости от содержания влаги в топливе и возможности его измельчения в соответствии с [1-4]. В связи с ограничением применимости ГОСТ Р 52911 [3] только территорией Российской Федерации, регламентированные в нем методы измерений не могут быть использованы в качестве методов сравнения при разработке межгосударственного стандарта. Межгосударственный стандарт ГОСТ 11014 [4] устанавливает ускоренный метод определения влаги. Однако, как показывают исследования, проведенные в ФГУП «УНИИМ» совместно с ОАО «Приморскуголь» (Владивосток) [10, 11], его использование в ряде случаев не позволяет получать сопоставимые с методом высушивания до постоянной массы результаты.

В соответствии с международными стандартами ISO 589 [1] и ISO 5068 1 [2] содержание влаги в твердом минеральном топливе определяют по потере массы при высушивании пробы до постоянной массы. При этом в ISO 5068-1 [2] для бурых углей и лигнитов предусмотрено высушивание при (105–110) °С только в токе азота, а в ISO 589 [1] для других видов твердого минерального топлива разрешается проводить высушивание при этой температуре как в атмосфере азота, так и на воздухе. Исследования по сопоставимости результатов определения содержания влаги в пробах углей низкой стадии метаморфизма, полученных при сушке в токе азота и на воздухе [10, 11], показали отсутствие значительного окисления проб при нагревании до (105–110) °С кислородом воздуха, продемонстрировав достаточность проведения измерений методом воздушно-тепловой сушки. В связи с полученными результатами, а также, учитывая отсутствие в углехимических лабораториях РФ оборудования для реализации метода сушки в токе азота, воздушно-тепловая сушка с учетом положений стандартов ISO [1, 2] была выбрана в качестве арбитражного метода при разработке экспрессного ИК ТГ метода.

При разработке ИК ТГ метода определения общей влаги в бурых, каменных углях и антраците были поставлены следующие задачи:

• выбор параметров измерений на ИК ТГ с различными источниками ИК излучения с целью получения результатов измерений, сопоставимых с методом воздушно-тепловой сушки до постоянной массы с учетом положений [1, 2];

- установление характеристик повторяемости и правильности выбранных параметров для различных марок углей и различных типов ИК ТГ влагомеров;
- проведение межлабораторного эксперимента с целью установления характеристик воспроизводимости;
- изучение статистики контроля погрешности результатов измерений, полученных по аттестованным метоликам:
- обеспечение безопасности при проведении измерений;
- проверка ИК ТГ метода на альтернативность стандартному по [1, 2] по алгоритму, представленному в ГОСТ 5725–6 [12].

Для разработки стандарта выбраны угли марок Д, КО, Ж, ГЖ, 1А, 1Б по ГОСТ 25543 [13] с различных месторождений. Ниже представлены некоторые из полученных результатов.

Выбор оптимальных параметров сушки при измерениях влаги в углях с помощью ИК ТГ влагомеров осуществляли путем сопоставления результатов измерений на ИК ИТ влагомере, с результатами измерений, полученных с использованием метода воздушно-тепловой сушки с учетом положений стандартов ISO [1, 2].

Основными этапами работы были следующие:

- пробу угля, отобранную по [14], измельчали на лабораторной мельнице до прохождения через сито с размером ячеек 2,8 мм;
- определяли содержание влаги в подготовленной пробе методом воздушно-тепловой сушки;
- выполняли несколько последовательных определений содержания влаги для навесок, отобранных от приготовленной пробы, на ИК ТГ влагомере;
- в случае получаемых больших значений повторяемости (модуля разницы между двумя последовательно

Таблица 2 Результаты измерений массовой доли влаги в антраците при выборе температуры сушки

№ п/п	Результат измерений пробы 1 по ISO 589, % $\overline{W}_{\rm ISO1} = 13,61$	Результат измерений пробы 2 по ISO 589, % $\overline{W}_{ISO2} = 13,70$	Режим работы ИК ТГ влагомера	
	Результаты единичных определений на влагомере, $W_{ m MA}$, $\%$			
	Проба № 1	Проба № 2		
1	13,81	13,27	Температура сушки	
2	13,57	13,86	95°C Критерий остановки:	
3	13,13	13,94	auto «0,0 min»	
4	13,48	13,54	Масса навески: (10,0 ± 0,5) г	
	$\overline{W}_{MA1} = 13,50$	$\bar{W}_{MA2} = 13,65$		
	$S_{MA1} = 0,28$	$S_{MA2} = 0.31$		
	$\overline{W}_{MA1} - \overline{W}_{ISO1} = -0.11$	$\overline{W}_{\text{MA2}} - \overline{W}_{\text{ISO2}} = -0.05$		
1	13,33	14,18	Температура сушки	
2	13,73	13,42	100°C Критерий остановки:	
3	13,64 13,85		auto «0,0 min» Масса навески:	
4	14,01	13,69	(10,0 ± 0,5) г	
	$\overline{W}_{MA1} = 13,68$	$\overline{W}_{MA2} = 13,79$		
	$S_{MA1} = 0.28$	$S_{MA2} = 0.32$		
	$\overline{W}_{\text{MA1}} - \overline{W}_{\text{ISO1}} = 0,07$	$\overline{W}_{\text{MA2}} - \overline{W}_{\text{ISO2}} = 0.09$		
1	13,84	14,07	Температура сушки	
2	13,53	13,96	105°C Критерий остановки:	
3	14,33	13,40	auto «0,0 min»	
4	13,73	14,12	Масса навески: (10,0 ± 0,5) г	
	$\overline{W}_{\mathrm{MA1}} = 13,86$	$\overline{W}_{\text{MA2}} = 13,89$		
	$S_{MA1} = 0,34$	$S_{MA2} = 0.33$		
	$\overline{W}_{\text{MA1}} - \overline{W}_{\text{ISO1}} = 0,22$	$\overline{W}_{\text{MA2}} - \overline{W}_{\text{ISO2}} = 0.19$		

Обозначения в таблице:

 $\overline{W}_{FOCT1}, \overline{W}_{FOCT2}$ — среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли влаги в пробах N^{o} 1 и N^{o} 2 антрацита по ISO 589 [1];

 $\overline{W}_{\rm MA1},\overline{W}_{\rm MA2}$ — среднее арифметическое значение результатов измерений массовой доли влаги в пробах $N^{\rm o}$ 1 и $N^{\rm o}$ 2 антрацита на ИК ТГ влагомере MA-35;

 $S_{\text{MA1}}, S_{\text{MA2}}$ – среднее квадратичное отклонение результатов измерений массовой доли влаги в пробах N^{o} 1 и N^{o} 2 антрацита на ИК ТГ влагомере MA-35.

Запись «Критерий остановки auto «0,0 min» соответствует режиму высушивания до постоянной массы.

проведенными анализами) на ИК ТГ влагомере вновь проводили анализ, используя другие установки температуры (при обугливании пробы температуру сушки уменьшали, при длительном анализе – увеличивали);

• при высокой степени неоднородности анализируемого вещества увеличивали массу навески.

Проверку правильности подобранного режима выполняли следующим образом. Выбирали две пробы (№ 1 и № 2) и проводили измерения методом воздушно-тепловой сушки и одновременно на ИК ТГ влагомере. Первую серию измерений проводили на ИК ТГ влагомере при выбранной в результате предварительных экспериментов температуре сушки; вторую и третью серию измерений проводили при температурах +5 °C и -5 °C соответственно от выбранной.

В табл. 2 представлены результаты измерений массовой доли влаги в пробах антрацита, полученные при проверке выбранной температуры сушки на ИК ТГ влагомере МА-35 производства фирмы «Sartorius Weighing Technology GmbH» с нагревателем в металлической оболочке (ТЭН). Изменение температуры сушки в пределах ±5 °С не приводит к значимому

увеличению среднеквадратического отклонения результатов определения содержания влаги на ИК ТГ влагомере, следовательно, температура сушки, равная $100\,^{\circ}$ С, выбрана верно.

В табл. З представлены результаты определения содержания влаги в пробах угля различных марок на ИК ТГ влагомерах с разными источниками ИК излучения и методом воздушнотепловой сушки с учетом положений стандартов ISO [1, 2]. Представленные результаты демонстрируют отсутствие статистически значимого смещения между результатами измерений методом воздушно-тепловой сушки и ИК ТГ методом.

Дополнительно были проведены сравнительные исследования по сопоставимости результатов измерений содержания влаги ИК ТГ методом с результатами измерения, получаемыми по другим, помимо воздушнотепловой сушки стандартизированным методам: ускоренным методом воздушно-тепловой сушки по ГОСТ 11014 [4] и методом сушки в токе азота по [1, 2]. На рис. 1 представлены результаты измерений массовой доли влаги в антраците 1А (рис. 1, а) и угле каменном \mathcal{I} (рис. 1, б), полученными разными методами. В связи

 Таблица 3

 Результаты определения содержания влаги методом воздушно-тепловой сушки и ИК ТГ методом

Марка угля	Точка	Результаты измерений массовой доли влаги, %				
	диапа- зона, %	Стандар-	ИК ТГ метод			
	,	ты ISO	Нагреватель в металличе- ской оболоч- ке (ТЭН)	Нагреватель в керами- ческой обо- лочке	Галогено- вый нагре- ватель	
Уголь каменный КО	6	6,42	6,18	6,20	6,19	
Уголь каменный Ж+ГЖ	7	6,99	7,42	7,42	7,19	
Антрацит 1А	14	13,64	13,73	13,57	13,45	
Уголь каменный Д	17	16,65	16,34	16,37	16,38	
Уголь бурый 1Б	46	45,86	_	45,97	_	

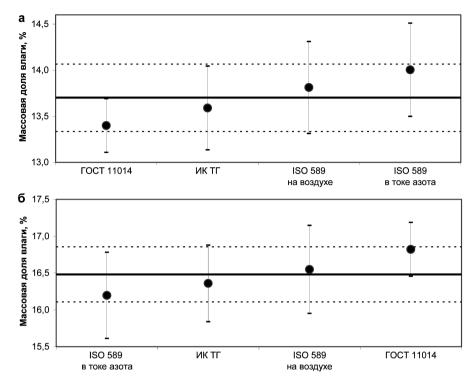


Рис. 1. Результаты и погрешности измерений (вертикальные отрезки) массовой доли влаги в антраците 1A (а) и угле каменном Д (б). Сплошной линией обозначено среднеарифметическое значение массовой доли влаги. Пунктирной линией ограничен доверительный интервал для результата измерений массовой доли влаги

с отсутствием в стандартах [1, 2, 4] нормированных значений показателя точности, границы погрешности результата измерений массовой доли влаги были оценены как удвоенное среднеквадратическое отклонение повторяемости.

Из рис. 1 видно, что результаты измерений на ИК ТГ влагомере сравнимы по точности с результатами, получаемыми стандартными методами сушки на воздухе и в токе азота в соответствии с [1, 2].

Важным критерием применимости метода измерений является его безопасность. Вследствие особенностей воздействия ИК излучения на вещество [6] проба при анализе может нагреваться до температуры, существенно превышающей температуру,

задаваемую в программе сушки ИК ТГ влагомера. Так как угли относятся к веществам, склонным к самовозгоранию, при разработке методик определения содержания влаги необходим контроль температуры нагрева пробы.

Для изучения динамики нагрева пробы во время процесса сушки в кювете из комплекта ИК ТГ влагомера в центр объема помещенной пробы угля закрепляли термометр сопротивления платиновый вибропрочный ПТСВ-2 в комплекте с измерителем температуры двухканальным прецизионным МИТ 2.05. Показания температуры ежеминутно считывали. Одновременно снимали кривые сушки. На рис. 2 показаны кривые сушки (1) и графики нагрева (2) для антрацита 1А

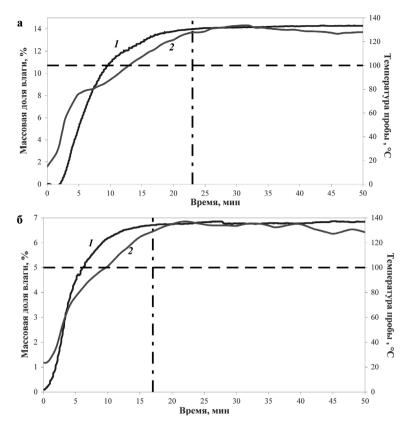


Рис. 2. Кривые сушки (1) и график нагрева (2) для антрацита 1A (а) и угля каменного Ж+ГЖ (б), снятые при анализе на ИК ТГ влагомере МА-35. Горизонтальной линией обозначена температура сушки, установленная в программе ИК ТГ влагомере. Вертикальной линий отмечено время, соответствующее достижению постоянной массы

(рис. 2, а) и угля каменного Ж+ГЖ (рис. 2, б), снятые при анализе пробы массой (10,0±0,5) г при температуре 100 °С и автоматическом критерии остановки сушки на ИК ТГ влагомере МА-35. В качестве источника инфракрасного излучения в данном ИК ТГ влагомере используется нагреватель в металлической оболочке (ТЭН). Горизонтальной линией на рис. 2 обозначена температура сушки, установленная в программе ИК ТГ влагомере. Вертикальной линий отмечено время, соответствующее достижению постоянной массы.

Можно отметить, что температура нагрева пробы угля на 35 °C превышает температуру, установленную в

программе ИК ТГ влагомера вследствие специфики воздействия инфракрасного излучения на вещество. Температура нагрева пробы при анализе на ИК ТГ влагомере меньше температуры (160±5) °С, используемой при ускоренном методе воздушно-тепловой сушки [4], что обеспечивает более высокую пожарную безопасность метода при сохранении оперативности анализа.

В табл. 4 представлены данные по продолжительности процесса сушки и общей продолжительности анализа (сушка и охлаждение перед взвешиванием) для различных марок углей при использовании воздушно-тепловой сушки с учетом положений стандар-

Таблица 4 Продолжительность определения содержания влаги в углях

Марка угля	Продолжительность сушки, мин		Общая продолжительность анализа (сушка и охлаждение перед взвешиванием), мин			
	ISO	ГОСТ 11014	ик тг	ISO 589	ГОСТ 11014	ик тг
Уголь каменный КО	90	15	10	130	35	10
Уголь каменный Ж+ГЖ	90	15	12	130	35	12
Антрацит 1А	150	20	20	190	40	20
Уголь каменный Д	90	15	20	130	35	20
Уголь бурый 1Б	180	30	40	260	50	40

тов ISO [1, 2], ГОСТ 11014 [4] и ИК ТГ метода.

Несмотря на то, что продолжительности процесса сушки при использовании ИК ТГ метода сопоставима со временем сушки при использовании ускоренного воздушно-теплового метода, наблюдается существенное сокращение общего времени анализа при применении ИК ТГ влагомера. Сокращение время анализа достигается за счет соединения в ИК ТГ влагомерах трех устройств: взвешивающей системы, ИК-излучателя и микропроцессора для управления режимом сушки и обработки данных. Это позволяет сократить время измерения не только из-за интенсивного высушивания образца ИК-лучами, но и за счет исключения утомительных процедур взвешивания и охлаждения, обязательных при воздушно-тепловом методе. В случае применения ускоренного воздушно-теплового метода по [4] необходимо определить массу бюксы, используя весы, взвесить навеску в бюксе, высушить образец в предварительно нагретом сушильном шкафу, охладить в эксикаторе, снова взвесить образец, определить разницу в массе, используя калькулятор. При использовании ИК ТГ влагомера нужно лишь тарировать массу бюксы нажатием клавиши, поместить, исключая предварительное взвешивание, навеску образца на бюксу, опустить крышку прибора, и после звукового сигнала считать окончательный результат с табло прибора.

Окончательные режимы измерений на ИК ТГ влагомерах были выбраны (табл. 5), и метрологические характеристики методики измерений (табл. 6) были установлены на основе комплексной обработки полученных данных в лабораториях ФГУП «УНИИМ» и НИТУ «МИСиС». Кроме того, была учтена статистика по контролю точности результатов измерений, выполняемых в лабораториях предприятий

Таблица 5

Рекомендуемые параметры сушки при определении массовой доли влаги в углях с помощью ИК ТГ влагомеров с различными инфракрасными излучателями

Масса навески,	Te	Критерий		
г	Нагреватель в металлической оболочке (ТЭН)	Нагреватель в керамической оболочке	Галогеновый нагреватель	остановки сушки
10,0±0,5	100	130	130	Автоматический

Таблица 6

Значения показателей точности, повторяемости и воспроизводимости ИК ТГ метода определения массовой доли влаги (в процентах)

Диапазон измерений	Показатель повторяемости (среднее квадратическое отклонение повторяемости), $\sigma_{\rm r}$	Показатель воспро- изводимости (среднее квадратичное откло- нение воспроизводи- мости), σ_R	Показатель точности (границы, в которых находится абсолютная погрешность измерения с вероятностью $P=0,95$), $\pm\Delta$
до 10	0,18	0,25	0,6
св. 10	0,35	0,50	1,2

угледобывающей и углеперерабатывающей промышленности, на ИК ТГ влагомерах.

Вывод

В статье представлены результаты разработки межгосударственного стандарта «Угли бурые, каменные и антрацит. Инфракрасный термогравиметрический метод определения общей влаги», полученные по состоянию на октябрь 2014 г. Из задач, поставленных при разработке стандарта, пока не завершены работы по проведению межлабораторного эксперимента, сбору статистики контроля погрешности

результатов измерений с предприятий – пользователей ИК ТГ влагомерами, проверке ИК ТГ метода на альтернативность стандартному методу воздушно-тепловой сушки по [1, 2].

Данные работы будут завершены в первом квартале 2015 г., затем стандарт будет представлен на голосование в Межгосударственный совет по стандартизации, метрологии и сертификации (МГС). Межгосударственный стандарт будет применим при реализации положений разрабатываемого Технического регламента Таможенного союза «Требования к углям и продуктам их переработки».

СПИСОК ЛИТЕРАТУРЫ

- 1. ISO 589:2008 Уголь каменный. Определение общей влаги.
- 2. ISO 5068-1:2007 Угли бурые и лигниты. Определение содержания влаги. Часть 1. Косвенный гравиметрический метод определения общей влаги.
- 3. ГОСТ Р 52911-2013 Топливо твердое минеральное. Определение общей влаги.
- 4. ГОСТ 11014-2001 Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Ускоренные методы определения влаги.
- 5. *Романов В.Г.* Поверка влагомеров твердых веществ. М.: Изд-во стандартов, 1983. 176 с.
- 6. Sartorius A.G. Thermogravimetric Moisture Analysis of Materials. Principles and practical applications. 2002.
 7. Казанцев В.В., Медведевских С.В.,
- 7. Казанцев В.В., Медведевских С.В., Собина Е.П., Медведевских М.Ю., Терентьев Г.И. Состояние и перспективы развития эталонной базы УНИИМ в области физикохимических измерений // Измерительная техника. 2014. № 11. С. 48–51.
- 8. ГОСТ Р 8.681-2009 Государственная система обеспечения единства измере-

- ний. Государственная поверочная схема для средств измерений содержания влаги в твердых веществах и материалах.
- дых веществах и материалах.

 9. ГОСТ Р 8.563–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Методики (методы) измерений.
- 10. Воробьева И.М., Медведевских М.Ю. К вопросу определения влагосодержания бурых углей // Уголь. 2014. N° 1. С. 70–72
- 11. Медведевских М.Ю., Сергеева А.С., Крашенинина М.П. Особенности определения влаги в бурых углях // Химия твердого топлива. $2014. N^{\circ} 5. C. 41-47.$ 12. ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Точность
- 12. ГОСТ ИСО 5725-6-2003 Точность (правильность и прецизионность) методов и результатов измерений. Часть 6. Использование значений точности на практике.
- 13. ГОСТ 25543–2013 Угли бурые, каменные и антрациты. Классификация по генетическим и технологическим параметрам.
- 14. ГОСТ 10742–71 Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний. **ГИА**

КОРОТКО ОБ АВТОРАХ _

Гольнец Ольга Станиславовна – заместитель заведующего лабораторией, e-mail: golvnets_olga@uniim.ru.

Сергеева Анна Сергеевна – кандидат химических наук, научный сотрудник, e-mail: sergeevaas@uniim.ru,

Hиконова Hаталья Aндреевна — младший научный сотрудник, e-mail: nikonovana@uniim.ru, Λ аборатория метрологии влагометрии и стандартных образцов Φ ГУП «УНИИМ»;

Эпштейн Светлана Абрамовна – доктор технических наук, старший научный сотрудник, заведующая НУИЛ «Физико-химии углей», e-mail: apshtein@yandex.ru, НИТУ «МИСиС».

UDC 622.33:537.312.51:543.573

PROSPECTS OF APPLICATION OF INFRARED THERMOGRAVIMETRIC MOISTURE METERS TO DETERMINE TOTAL MOISTURE OF SOLID MINERAL FUEL

Golynets O.S.¹, Deputy Head of Laboratory, e-mail: golynets olga@uniim.ru,

Sergeeva A.S.1, Candidate of Chemical Sciences, Researcher, e-mail: sergeevaas@uniim.ru,

Nikonova N.A.¹, Junior Researcher, e-mail: nikonovana@uniim.ru,

Epshtein S.A., Doctor of Technical Sciences, Senior Scientist, Head of Scientific and Educational Test Laboratory «Physics and Chemistry of coal» of National University of Science and Technology «MISiS», 119049, Moscow, Russia, e-mail: apshtein@yandex.ru,

¹ Laboratory of Moisture Measurement and Reference Materials of UNIIM,620000, Ekaterinburg, Russia.

The main advantages of using infrared thermogravimetric (IR TG) moisture meters with different types of IR sources for the technical analysis of solid mineral fuel on the enterprises of coal mining and coal processing industry are considered. The necessity of the development of interstate standard for IR TG method of the determination of total moisture in brown coals, hard coals and anthracite is shown. The sequence of development of an express measurement procedure for coals of various grades using the State primary standard of mass (molar) fraction and mass (molar) concentration of water in liquid and solid substances and materials GET 173-2013 is considered. The procedure of choosing drying temperature modes is described. The dynamics of the heating of coals samples under the influence of IR radiation is analyzed. The comparison of the results of determining the total moisture in solid mineral fuel using IR TG method with the measurement results using air-thermal methods (rapid and to constant weight) and method of drying in a stream of nitrogen is performed. The data demonstrating the significant reduction in the total analysis time of coals using IR TG moisture meters compared with standardized measurement methods are presented. The final measurement mode for IR TG moisture meters and metrological characteristics of the developed express measurement procedure are given.

Key words: solid mineral fuel, total moisture, infrared thermogravimetric method.

ACKNOWLEDGEMENTS

The work is supported by the Federal Target Program $\,^{\circ}$ Research and Development in the Lines of Priority Advancement of Science and Technology in Russia in 2014–2020 $\,^{\circ}$, Procedure 1.2. Unique identifier of applied scientific researches RFMEFI57514X0062.

REFERENCES

- 1. Ugol' kamennyi. Opredelenie obshchei vlagi. ISO 589:2008 (Hard coal. Determination of total moisture. ISO 589:2008).
- 2. Ugli burye i lignity. Opredelenie soderzhaniya vlagi. Chast' 1. Kosvennyi gravimetricheskii metod opredeleniya obshchei vlagi. ISO 5068-1:2007 (Brown coals and lignites. Determination of moisture content. Part 1: Indirect gravimetric method for total moisture. ISO 5068-1:2007).
- 3. Toplivo tverdoe mineral'noe. Opredelenie obshchei vlagi. GOST R 52911-2013 (Solid mineral fuel. Determination of total moisture. State Standart R 52911-2013).
- 4. Ugli burye, kamennye, antratsit i goryuchie slantsy. Uskorennye metody opredeleniya vlagi. GOST 11014-2001 (Brown coals, bituminous coals, anthracite and oil shales. Shortened methods of moisture determination. State Standart 11014-2001).
- 5. Romanov V.G. *Poverka vlagomerov tverdykh veshchestv* (Calibration of moisture meters for solids), Moscow, Izd-vo standartov, 1983, 176 p.

- Sartorius A.G. Thermogravimetric Moisture Analysis of Materials. Principles and practical applications.
- 7. Kazantsev V.V., Medvedevskikh S.V., Sobina E.P., Medvedevskikh M.Yu., Terent'ev G.I. *Izmeritel'naya tekhnika*. 2014, no 11, pp. 48–51.
- 8. Gosudarstvennaya sistema obespecheniya edinstva izmerenii. Gosudarstvennaya poverochnaya skhema dlya sredstv izmerenii soderzhaniya vlagi v tverdykh veshchestvakh i materialakh. GOST R 8.681–2009 (State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for measuring of moisture content of firm and loose materials. State Standart R 8.681–2009).
- 9. Gosudarstvennaya sistema obespecheniya edinstva izmerenii. Metodiki (metody) izmerenii. GOST R 8.563–2009 (State system for ensuring the uniformity of measurements. Procedures of measurements. State Standart R 8.563–2009).
 - 10. Vorob'eva I.M., Medvedevskikh M.Yu. *Ugol'*. 2014, no 1, pp. 70–72.
- 11. Medvedevskikh M.Yu., Sergeeva A.S., Krasheninina M.P. Khimiya tverdogo topliva. 2014, no 5, pp. 41–47.
- 12. Tochnost' (pravil'nost' i pretsizionnost') metodov i rezul'tatov izmerenii. Chast' 6. Ispol'zovanie znachenii tochnosti na praktike. GOST ISO 5725–6-2003 (Accuracy (trueness and precision) of measurement methods and results. Part 6. Use in practice of accuracy values. State Standart ISO 5725-6-2003).
- 13. *Ugli burye, kamennye i antratsity. Klassifikatsiya po geneticheskim i tekhnologicheskim parametram. GOST 25543–2013* (Brown coals, hard coals and anthracites. Classification according to genetic and technological parameters. State Standart 25543–2013).
- 14. Ugli burye, kamennye, antratsit, goryuchie slantsy i ugol'nye brikety. Metody otbora i podgotovki prob dlya laboratornykh ispytanii. GOST 10742–71 (Brown coals, hard coals, anthracite, combustible shales and coal briquettes. Methods of sampling and preparation of samples for laboratory tests. State Standart 10742–71).



ОТДЕЛЬНЫЕ СТАТЬИ ГОРНОГО ИНФОРМАЦИОННО-АНАЛИТИЧЕСКОГО БЮЛЛЕТЕНЯ (ПРЕПРИНТ)

МАТЕМАТИЧЕСКАЯ МОДЕЛЬ ФОРМИРОВАНИЯ ДАВЛЕНИЙ НА ПРИВОДНОМ БАРАБАНЕ ЛЕНТОЧНОГО КОНВЕЙЕРА С УЧЕТОМ ИЗМЕНЯЮШЕГОСЯ КОЭФФИЦИЕНТА СЦЕПЛЕНИЯ

Соловых Данила Янисович – аспирант, e-mail: danrunet@rambler.ru, МГИ НИТУ «МИСиС».

Рассмотрены вопросы, связанные с анализом нагрузок, действующих на поверхности приводного барабана ленточного конвейера. Установление характера нагружения поверхности барабана необходимо для оценки долговечности сварных соединений барабана. Предложено обобщенное аналитическое выражение, аппроксимирующее экспериментально полученные зависимости в диапазоне изменения рабочего давления для резинотканевых и резинотросовых конвейерных лент. Составлено и решено дифференциальное уравнение, позволившее определить характер изменения давления по углу обхвата лентой поверхности барабана, а также определить касательные напряжения, необходимые для расчета напряженного состояния приводного барабана.

Ключевые слова: ленточный конвейер, приводной барабан, переменный коэффициент сцепления, давление ленты, касательные напряжения.

MATHEMATICAL MODEL OF BELT CONVEYOR PULLEY TENSION CONSIDERING VARYING COEFFICIENT OF FRICTION

Solovih D.A., Graduate Student, e-mail: danrunet@rambler.ru,

Mining Institute, National University of Science and Technology «MISiS», 119049, Moscow, Russia.

The question of belt conveyor pulley analysis. Determination of the loading type of drum shells necessary for evaluating the durability of welds. The largest range stresses in the shell are usually causing by the belt tensions – slack side tension and tight side tension, which are relating by L. Euler equation. This equation obtained with a constant friction coefficient between the belt and pulley. However, the experimentally determined that friction coefficient is highly dependent on pressure of the belt on the pulley, and consequently from its tension. Suggested general analytical equations approximating the dependencies in the range of operating pressure for the rubber and rope belts. Derived and solved the differential equation, which allows to determine the variation of pressure depends on the angle of belt wrap and also to determine the shear stresses required to analysis belt conveyor pulley.

Key words: belt conveyor, pulley, friction coefficient, belt tension, shear stresses.