

Статья поступила в редакцию 28.11.2015,
доработана 17.02.2016

DOI 10.20915/2077-1177-2016-0-1-31-41
УДК: 548.7

СТАНДАРТНЫЕ ОБРАЗЦЫ ВЛАГОСОДЕРЖАНИЯ И НАСЫПНОЙ ПЛОТНОСТИ ДОМЕННОГО КОКСА ДЛЯ НЕЙТРОННЫХ ВЛАГОМЕРОВ И ВЛАГОМЕРОВ-ПЛОТНОМЕРОВ: ОПЫТ РАЗРАБОТКИ И ПРИМЕНЕНИЯ

Савёлов В.Д., Запорожец А.С.

Описаны стандартные образцы влажности и насыпной плотности доменного кокса (СО) по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления с применением веществ и материалов, элементный состав которых идентичен элементному составу кокса.

Ключевые слова: стандартные образцы, влажность, насыпная плотность, доменный кокс, влагомер нейтронный, влагомер-плотномер нейтронный.

✓ **Ссылка при цитировании:** Савёлов В.Д., Запорожец А.С. Стандартные образцы влагосодержания и насыпной плотности доменного кокса для нейтронных влагомеров и влагомеров-плотномеров: опыт разработки и применения // Стандартные образцы. 2016. № 1. С. 31–41.

Авторы

САВЁЛОВ В.Д.

Заведующий отделом АО «Казчерметавтоматика»
100004, Республика Казахстан, г. Караганда,
ул. Рыбалко, 1а
Тел.: 8 (7212) 44-09-97
E-mail: vdsavyolov@yandex.ru

ЗАПОРОЖЕЦ А.С.

Ведущий научный сотрудник ФГУП «УНИИМ»,
канд. хим. наук
620000, Российская Федерация, г. Екатеринбург,
ул. Красноармейская, 4
Тел.: 8 (343) 350-16-98
E-mail: vlaga@uniim.ru

Принятые сокращения:

АСУ – автоматическая система управления;
ВНС – влагомер нейтронный стационарный (тип влагомера);
ВНСК – влагомер нейтронный стационарный кокса (тип влагомера);
ВПНС – влагомер-плотномер нейтронный стационарный (тип влагомера-плотномера);

МСО – межгосударственные стандартные образцы;
РК – Республика Казахстан;
РФ – Российская Федерация;
СИ – средства измерений;
СО – стандартные образцы;

Введение

К числу важных физико-химических свойств кокса, подлежащих контролю на металлургических предприятиях, относятся влажность и насыпная плотность. Необходимость этого контроля обусловлена тем, что в процессе технологической переработки (передела) металлургического сырья имеются стадии, на которых влажность и насыпная плотность кокса должны иметь определенные оптимальные значения, обеспечивающие наивысшую интенсивность технологического процесса и максимальный выход продукции заданного качества.

Для доменной плавки технико-экономическая эффективность обеспечивается поддержанием ровного хода доменной печи, под которым понимается, в самом общем смысле, стабильность нормального теплового состояния процесса и выбранного рационального газодинамического режима. Вследствие непостоянства свойств шихтовых материалов (железная руда, железорудный агломерат, кокс и флюсы), поступающих в доменные печи, выплавка чугуна ведется в условиях существенных и зачастую неконтролируемых изменений в распределении материалов, газов и других параметров доменного процесса [1].

При выплавке чугуна постоянство влажности кокса обуславливает постоянство количества углерода в единице веса кокса, вводимого в доменную печь, и, следовательно, обеспечивает стабильность ее теплового режима. Газопроницаемость слоя кокса в доменной печи зависит от его насыпной плотности, которая в наибольшей степени определяется гранулометрическим составом (крупностью) кокса. Чем выше крупность и равномерность кусков кокса, тем меньше его насыпная плотность и выше газопроницаемость [2].

В реальных производственных условиях влажность кокса зависит от многих факторов: способа тушения, качества применяемой для тушения воды, пористости, ситового состава и степени готовности кокса, а также условий его хранения и транспортировки. По этим причинам фактический диапазон измерения влажности (массовой доли влаги) кокса составляет от 0,2 до 14,0 % [3, 4].

Значения насыпной плотности для кокса с классом крупности от 25 до 100 мм находятся соответственно в пределах от 515 до 420 кг/м³. При уменьшении однородности ситового состава кокса (однородности по крупности кусков кокса) и увеличении его зольности насыпная плотность может достигать 550 кг/м³ [2].

В этой связи возникает необходимость осуществления непрерывного автоматического контроля значений

этих параметров. При этом под контролем понимается измерительный процесс, включающий операции измерения параметров и определения их соответствия установленным нормам. В качестве нормативных значений параметров выбирают, как правило, средние («базовые») значения в возможном диапазоне изменения контролируемых параметров. Так, например, для доменного кокса класса крупности 40 мм и более была установлена норма значения массовой доли влаги не более 4,0 % [4], а среднее значение насыпной плотности – 450 кг/м³ в диапазоне изменения насыпной плотности кокса от 400 до 500 кг/м³ [3].

Результаты контроля влажности используются в автоматической системе управления (АСУ) шихтопдачи доменной печи для коррекции веса загружаемого в доменную печь кокса при отклонении влажности кокса от нормы [5]. Результаты контроля насыпной плотности кокса, например, могут использоваться обслуживающим персоналом печи для оперативного изменения условий работы и настройки вибрационных грохотов с целью получения требуемого ситового состава загружаемого в доменную печь кокса.

1. Нейтронный метод измерения влажности и насыпной плотности доменного кокса и средства измерения на его основе (на примере влагомеров и влагомеров-плотномеров АО «Казчерметавтоматика»)

Широкое распространение для автоматического измерения влажности доменного кокса в металлургии получили влагомеры типа ВНС на основе нейтронного метода измерений [6, 7].

Нейтронный метод измерения влажности кокса – косвенный метод измерения, заключающийся в облучении быстрыми нейтронами влажного кокса и измерении величины потоков медленных нейтронов, функционально связанных с влажностью и насыпной плотностью кокса, образующихся в результате этого облучения. Принцип измерения влажности нейтронным методом основан на физическом явлении замедления быстрых нейтронов на ядрах атомов элементов, входящих в состав доменного кокса и, в частности, на эффекте аномально большого замедления быстрых нейтронов за счет упругого рассеяния на ядрах атомов водорода, входящих в состав молекул воды влажного кокса [8].

Важнейшими параметрами, влияющими на точность измерения влажности нейтронным методом, являются насыпная плотность и химический состав кокса.

Известно, что изменение плотности твердой фазы вещества влечет за собой изменение числа атомов в единице объема, способных рассеивать быстрые и поглощать медленные нейтроны и, следовательно, смещает вверх или вниз (в зависимости от знака изменения плотности) градуировочную характеристику влагомера и изменяет ее наклон. Доля замедлившихся нейтронов от твердой фазы вещества существенна, и ее влияние необходимо учитывать при измерении влажности [9].

Поэтому с целью корректировки измеренного нейтронным влагомером значения влажности необходимо совместно с влажностью измерять плотность вещества. Например, широкое применение для этого нашли плотномеры, принцип измерения которых основан на использовании гамма-излучения [10].

Изменение химического состава кокса, связанное с изменениями содержания золообразующих элементов и выхода летучих кокса, также влечет за собой изменение вида градуировочной характеристики влагомера. Хотя это влияние и незначительно по сравнению с влиянием изменения насыпной плотности, но и оно должно учитываться, например, путем введения поправки в результат измерения влажности [8].

Величину влажности – влагосодержание (массовое отношение влаги) кокса W , % (далее по тексту влажность или величина влажности) рассчитывают по формуле:

$$W = \frac{m_b}{m_c} 100 = \frac{m_b}{m_y + m_3} 100, \quad (1)$$

где m_b – масса воды во влажном коксе, кг;

m_c – масса сухого кокса, кг;

m_y – масса углерода в коксе, кг;

m_3 – масса золообразующих элементов в коксе, кг.

Одновременное измерение влажности и насыпной плотности кокса нейтронным методом основано на регистрации потока медленных нейтронов двумя группами детекторов (счетчиков) нейтронов, максимумы спектральной чувствительности которых разнесены на некоторую величину в пределах диапазона энергий замедлившихся нейтронов. При соответствующих условиях размещения детекторов относительно источника быстрых нейтронов (геометрии измерения) сигналы по двум измерительным каналам можно представить в виде системы линейных уравнений [11]:

$$\begin{cases} a_0 + a_1 \rho_w + a_2 \rho_c = n_1 \\ b_0 + b_1 \rho_w + b_2 \rho_c = n_2 \end{cases}, \quad (2)$$

где n_1, n_2 – скорости счета медленных нейтронов по двум измерительным каналам, с⁻¹;

a_0, b_0 – градуировочные коэффициенты, с⁻¹;

a_1, b_1, a_2, b_2 – градуировочные коэффициенты, м³/кг·с;

$\rho_w = \frac{m_b}{V}$ – массовая концентрация влаги кокса, кг/м³;

$\rho_c = \frac{m_c}{V}$ – насыпная плотность сухого кокса, кг/м³;

V – объем измеряемого кокса, м³.

Решая систему уравнений (2) относительно ρ_w и ρ_c , находят массовую концентрацию влаги и насыпную плотность, сухого кокса, зная которые, по формуле (1) для заданного объема кокса V определяют величину влажности W :

$$\rho_c = \frac{a_1(n_2 - b_0) - b_1(n_1 - a_0)}{a_1 b_2 - a_2 b_1}, \quad (3)$$

$$W = \frac{b_2(n_1 - a_0) - a_1(n_2 - b_0)}{a_1(n_2 - b_0) - a_2(n_1 - a_0)} \cdot 100. \quad (4)$$

Выражения (3) и (4) являются рабочими алгоритмами, которые позволяют вычислить значения величин влажности и насыпной плотности (для влагомера-плотномера) [12, 13] или вычислить значение величины влажности, не нормируя при этом величину насыпной плотности (для влагомера) [6, 7].

Более сорока лет АО «Казчерметавтоматика» занимается разработкой, модернизацией и изготовлением нейтронных влагомеров и влагомеров-плотномеров доменного кокса. За этот период для предприятий черной металлургии был осуществлен выпуск целого ряда приборов различных модификаций.

Первым серийным двухканальным нейтронным влагомером кокса, специально разработанным для черной металлургии, стал влагомер типа ВНСК (1975). Влагомер позволял измерять влагосодержание (массовое отношение влаги) кокса в диапазоне от 0,0 до 10,0 % с абсолютной погрешностью не более 0,5 % при изменении насыпной плотности кокса от 400 до 600 кг/м³ [13].

Нейтронным влагомером, при создании которого впервые был применен микропроцессор, явился нейтронный влагомер типа ВНС-7206, серийный выпуск которого был начат в 1983 году¹ [14]. Появление микропроцессорной

¹ 9436–84. Влагомер нейтронный стационарный ВНС-7206 / ОПКБ НПО «Черметавтоматика», г. Караганда, Республика Казахстан // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/10_tipy_si/7list.aspx?z=&n=9436-84.

техники и ее применение при создании нейтронных влагомеров позволило реализовать операцию автоматического выполнения градуировки (калибровки) влагомеров. Для проведения градуировки (калибровки) влагомера использовалась встроенная в прибор мера (калибратор). По сравнению с влагомером ВНСК, во влагомере ВНС-7206 был расширен диапазон измерения величины влажности (массового отношения влаги) до 14,5 %.

Нейтронными влагомерами-плотномерами, в которых была нормирована величина насыпной плотности, являлись приборы типов ВПНС-7208 (1987), ВНС-7652 (1992) и ВНС-7652М (2000). Метрологические характеристики этих приборов при измерении влажности соответствуют метрологическим характеристикам влагомера типа ВНС-7206. Диапазон измерения насыпной плотности находился в пределах от 400 до 550 кг/м³, погрешность измерения насыпной плотности составляла ± 30 кг/м³ (1, 2, 3, 4) [15].

Во влагомере-плотномере типа ВПНС-7716 (2012) по сравнению с ранее выпускаемыми влагомерами-плотномерами была снижена погрешность измерения насыпной плотности до ± 15 кг/м³ в диапазоне измерений от 400 до 600 кг/м³ (5).

¹ № 11316–88. Влагоплотномер нейтронный стационарный ВПНС-7208 / ОПКБ НПО «Черметавтоматика», г. Караганда, Республика Казахстан // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/10_tipy_si/7list.aspx?z=&n=11316-88.

² ПК 90–97. Влагомер нейтронный стационарный ВНС-7652 / АО «Казчерметавтоматика», г. Караганда, Республика Казахстан. – Государственный реестр средств измерений Республики Казахстан. РГП «Казахстанский институт метрологии» [сайт]. URL: <http://www.kazinmetr.kz/si/index.php?mode=sir2&SERT=190>.

³ № ПК 246–00. Влагомеры нейтронные стационарные ВНС-7652, ВНС-7652М / ОАО «Казчерметавтоматика», г. Караганда, Республика Казахстан. – Государственный реестр средств измерений Республики Казахстан. РГП «Казахстанский институт метрологии» [сайт]. URL: <http://www.kazinmetr.kz/si/index.php?mode=sir2&SERT=553>.

⁴ № 28279–04. Влагомеры нейтронные стационарные ВНС-7652, ВНС-7652М / ОАО «Казчерметавтоматика», г. Караганда, Республика Казахстан // Федер. информац. фонд по обеспеч. единства измерений [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/10_tipy_si/7list.aspx?z=&n=28279-04.

⁵ КЗ.02.02.02765–2012. Влагомеры-плотномеры нейтронные стационарные ВПНС-7716 (модели ВПНС-7716, ВПНС-7716Т) АО «Казчерметавтоматика», г. Караганда, Республика Казахстан. – Реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан. РГП «Казахстанский институт метрологии» [сайт]. URL: <http://kazinmetr.kz/si/index.php?mode=sir2&SERT=7851>.

В настоящее время влагомеры-плотномеры типов ВНС-7652М и ВПНС-7716 эксплуатируются на металлургических комбинатах Республики Казахстан и Российской Федерации.

2. Стандартные образцы влагосодержания и насыпной плотности доменного кокса

Для обеспечения единства и требуемой точности измерений нейтронными влагомерами и влагомерами-плотномерами ФГУП «УНИИМ» и АО «Казчерметавтоматика» были разработаны стандартные образцы влагосодержания и насыпной плотности доменного кокса (комплект) (далее по тексту – СО), которые в качестве рабочих эталонов 1-го разряда были применены в поверочных схемах для этих средств измерений [16, 17].

Разработка и применение СО – это пример многолетнего совместного сотрудничества разработчиков метрологического обеспечения для нейтронных влагомеров (влагомеров-плотномеров) доменного кокса и разработчиков средств измерений и, на наш взгляд, полученные результаты этой совместной работы могут представлять определенный научный и практический интерес.

В середине семидесятых годов прошлого века возникла острая необходимость в образцовых средствах градуировки и поверки нейтронных влагомеров, которые стали массово внедряться на металлургических предприятиях страны. Для градуировки и поверки нейтронных влагомеров и влагомеров-плотномеров применялись стандартные образцы влажности и плотности (СО), приготовленные из доменного кокса массой 3–4 тонны. Хотя такие СО в наибольшей степени способны воспроизводить совокупность всех свойств кокса, однако приготовление СО осложняется тем, что кокс имеет достаточно сильно выраженные гидрофобные свойства, что приводит к неизбежным и значительным неуправляемым неоднородностям по объему СО в течение интервала времени его применения.

По этой причине СО доменного кокса имели небольшой срок годности из-за низкой стабильности воспроизведения основной характеристики – влажности и использовались только для разовой градуировки влагомеров.

Как правило, вычисление градуировочных коэффициентов для влагомера (влагомера-плотномера) сводится к решению системы линейных алгебраических уравнений, связывающих скорости счета медленных нейтронов n_1 , n_2 для двух измерительных каналов с вели-

чинами массовой концентрации влаги ρ_w и насыпной плотности ρ_c сухого кокса CO¹ [24].

При этом число уравнений в системе равно числу неизвестных градуировочных коэффициентов. В матричной форме системы уравнений для трех неизвестных можно представить в виде:

$$RA = N_1, \quad (5)$$

$$RB = N_2. \quad (6)$$

где $R = \begin{pmatrix} 1 & \rho_w^1 & \rho_c^1 \\ 1 & \rho_w^2 & \rho_c^2 \\ 1 & \rho_w^3 & \rho_c^3 \end{pmatrix}$ – матрица величин массовой концен-

трации влаги ρ_w и насыпной плотности ρ_c сухого кокса. В каждой строке матрицы во втором и третьем столбце указаны аттестованные значения величин массовой концентрации влаги и насыпной плотности одного из трех CO (верхний индекс);

$$A = \begin{pmatrix} a_0 \\ a_1 \\ a_2 \end{pmatrix}, B = \begin{pmatrix} b_0 \\ b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} \text{ – матрицы градуировочных}$$

коэффициентов, соответственно для первого и второго каналов влагомера (влагомера-плотномера);

$$N_1 = \begin{pmatrix} n_1^1 \\ n_1^2 \\ n_1^3 \end{pmatrix}, N_2 = \begin{pmatrix} n_2^1 \\ n_2^2 \\ n_2^3 \end{pmatrix} \text{ – матрицы скоростей счета } n_1 \text{ и}$$

n_2 , соответственно для первого и второго измерительных каналов (нижний индекс). В каждой строке матрицы указана скорость счета, экспериментально определенная при градуировке влагомера (влагомера-плотномера) на одном из трех CO (верхний индекс).

Запишем равенства (5) и (6) в развернутом виде:

$$\begin{pmatrix} 1 & \rho_w^1 & \rho_c^1 \\ 1 & \rho_w^2 & \rho_c^2 \\ 1 & \rho_w^3 & \rho_c^3 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} a_0 \\ a_1 \\ a_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} n_1^1 \\ n_1^2 \\ n_1^3 \end{pmatrix}, \quad (7)$$

$$\begin{pmatrix} 1 & \rho_w^1 & \rho_c^1 \\ 1 & \rho_w^2 & \rho_c^2 \\ 1 & \rho_w^3 & \rho_c^3 \end{pmatrix} \begin{pmatrix} b_0 \\ b_1 \\ b_2 \end{pmatrix} = \begin{pmatrix} n_2^1 \\ n_2^2 \\ n_2^3 \end{pmatrix}. \quad (8)$$

Если матрица R является невырожденной (определитель системы $|R| \neq 0$), то системы уравнений (7) и (8), представленные в матричной форме, имеют

относительно A и B единственные решения, которые находятся по формулам Крамера:

$$a_i = \frac{|R_{1i}|}{|R|}, \quad (9)$$

$$b_i = \frac{|R_{2i}|}{|R|}, \quad (10)$$

где определители $|R_{1i}|$ и $|R_{2i}|$ получают из определителя системы $|R|$ заменой i -го столбца на столбец свободных членов соответственно из N_1 и N_2 .

Таким образом, процедура градуировки нейтронного влагомера-плотномера сводится к установлению функциональной зависимости между сигналами на выходе первичного преобразователя влагомера-плотномера и некоторым ограниченным перечнем свойств и параметров кокса, набор которых определяется принятым методом измерения. Это позволяет использовать при градуировке в качестве «преобразователя» спектра быстрых нейтронов не натуральный кокс, а его некоторую имитационную модель, ядерно-физические характеристики и конструктивные параметры которой выбраны таким образом, чтобы матрицы градуировочных коэффициентов для натурального кокса и модели (имитатора) получались тождественными.

CO на основе такой модели должны достоверно воспроизводить и передавать не только основные, но и дополнительное свойство – зольность кокса. Величина зольности явно не указана в функции преобразования, но, в соответствии с формулой (1), ее значение входит в виде слагаемого m_3 (масса золообразующих элементов) в массу сухого кокса m_c .

Идея разработки CO свойств доменного кокса с применением веществ и материалов, элементный состав которых идентичен элементному составу кокса, была сформулирована и обоснована Романовым В.Г. и Стройковским А.К. [19–22].

Техническое решение, положенное в основу разработки CO, сводится к конструированию имитатора кокса в виде периодически размещаемых элементарных ячеек (здесь и далее по тексту – наименьших представительных проб), воспроизводящих с заданной однородностью основные и дополнительные свойства кокса. Наименьшие представительные пробы CO изготовлены из веществ и материалов, содержащие химические элементы которых идентичны химическим элементам, входящим в состав кокса. Следует отметить, что, несмотря на наличие достаточно большого количества золообразующих элементов в натуральном коксе, удается благодаря выбранному принципу построения

¹ База патентов Казахстана [сайт]. URL: <http://kzpatents.com/patents/savyolov-vladimir-dmitrievich>.

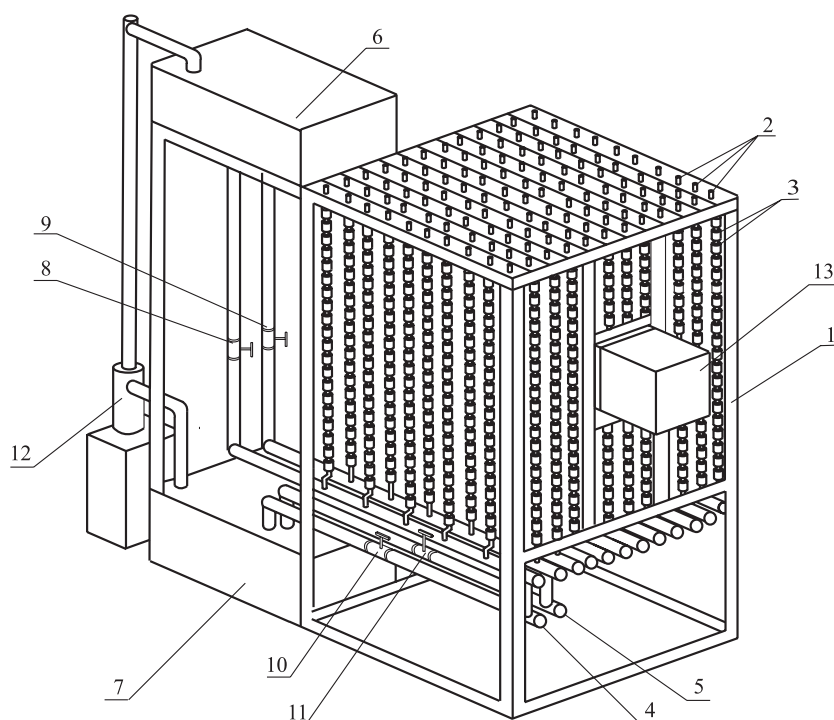


Рис. 1. Общий вид стандартного образца: 1 – корпус; 2 – алюминиевые трубки; 3 – графитовые блоки; 4, 5 – коллекторы; 6–7 – накопительные емкости; 8–11 – вентили; 12 – водяной насос; 13 – датчик влагомера-плотномера (влагомера)

СО добиться адекватности ядерно-физических свойств СО и натурального кокса, применяя только один золотообразующий элемент – алюминий.

Для воспроизведения влаги в СО используют воду, для воспроизведения углерода кокса – графитовые блоки, для воспроизведения золотообразующих элементов кокса – алюминиевые трубки и вставки.

Такая конструкция СО, с использованием веществ и материалов с долговременно устойчивыми свойствами, позволяет длительно хранить и стабильно воспроизводить совокупность свойств кокса. Кроме того, появляется возможность проводить аттестацию СО по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления [23] и применить для аттестации СО свойств методику аттестации СО состава по процедуре приготовления [24] с использованием образцовых средств измерений для определения массы и размеров элементарной ячейки, применяемых при изготовлении СО.

Комплект СО состоит из двух стандартных образцов. Стандартный образец представляет собой корпус, внутри которого вертикально установлены алюминиевые трубки (см. рис. 1 – 1, 2). Трубки размещены во всем объеме корпуса через равные расстояния друг от друга.

На трубках укреплены графитовые блоки (рис. 1 – 3), изготовленные в виде цилиндров со сквозными отверстиями по оси симметрии, также размещенные на одинаковом расстоянии друг от друга. Трубки, разделены на две группы и соединяются соответственно с двумя

коллекторами (общими водопроводами) (рис. 1 – 4, 5), что дает возможность заполнять водой каждую группу трубок отдельно.

Для заполнения водой СО используется водонапорная установка, работающая по принципу сообщающихся сосудов. Установка содержит две накопительные емкости, выполненные в виде металлических баков (рис. 1 – 6, 7), а также систему водопроводов с запорными вентилями (рис. 1 – 8–11) и водяным насосом (рис. 1 – 12). Заполнение водой верхнего бака (рис. 1 – 6) производится водяным насосом (рис. 1 – 12), с помощью которого воду из нижнего бака (рис. 1 – 7) перекачивают в верхний бак (рис. 1 – 6). Через вентили (рис. 1 – 8, 9) вода под действием силы тяжести из верхнего бака (рис. 1 – 6) по водопроводам подается в коллекторы (рис. 1 – 4, 5) и далее поступает в две группы алюминиевых трубок СО. Через вентили (рис. 1 – 10, 11) вода сливается из двух групп алюминиевых трубок в нижний бак (рис. 1 – 7). Слив воды из трубок производится после каждого использования СО.

В стандартном образце имеется канал для установки датчика (рис. 1 – 13) влагомера-плотномера (влагомера) погружного типа, а также приспособления, установленные на корпусе СО, для крепления датчика влагомера-плотномера (влагомера) накладного типа (на рис. 1 не показаны).

Элементарная ячейка (наименьшая представительная проба СО) (рис. 2) состоит из алюминиевой трубки

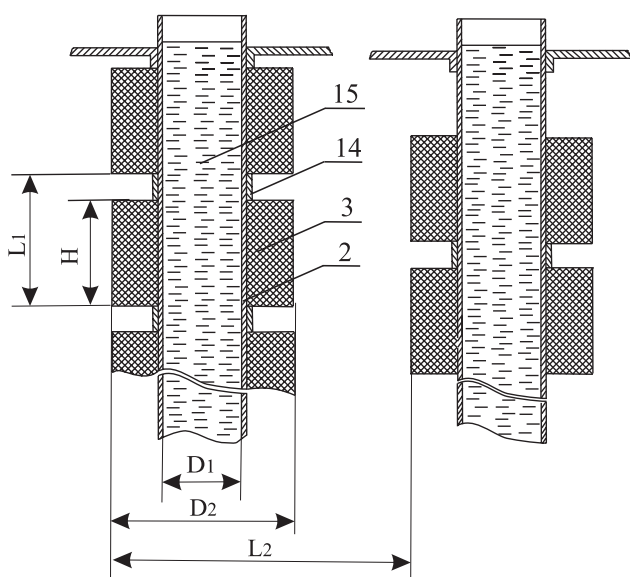


Рис. 2. Наименьшая представительная проба стандартного образца:

2 – алюминиевые трубки; 3 – графитовые блоки; 14 – алюминиевая втулка; 15 – вода

(рис. 2 – 2) длиной L_1 с внутренним диаметром D_1 , на которой размещаются графитовый блок (рис. 2 – 3), высотой H с внешним диаметром D_2 , а также алюминиевая втулка (рис. 2 – 14), фиксирующая расстояние между графитовыми блоками. Алюминиевая трубка заполняется водой (рис. 2 – 15) для воспроизведения значений величины влажности. Для воспроизведения значений величины плотности при изготовлении СО задаются определенные расстояния L_2 между двумя группами алюминиевых трубок, а также массы графитовых блоков и алюминиевых трубок и втулок.

Номинальные габаритные размеры стандартных образцов – $2,0 \times 2,0 \times 2,0$ м. Номинальные массы веществ и материалов, используемых для приготовления двух стандартных образцов: графит – 2500 и 4000 кг; алюминий – 300 и 500 кг; вода – от 400 до 600 кг.

Аттестуемыми характеристиками СО являются влагосодержание (массовое отношение влаги) и насыпная плотность. СО обеспечивает интервалы допускаемых аттестованных значений:

- по влагосодержанию (массовое отношение влаги), % от 0,0 до 15,0;
- по насыпной плотности, кг/м³ от 400 до 600.

Границы допускаемых значений абсолютных погрешностей аттестованных значений СО при доверительной вероятности $P = 0,95$:

- по влагосодержанию (массовое отношение влаги), % 0,05;
- по насыпной плотности, кг/м³ 5.

Дополнительная характеристика СО:

- зольность, % от 10,0 до 11,0.

Периодичность аттестации (испытаний с целью утверждения типа) СО – один раз в пять лет. Один раз в шесть месяцев проводятся исследования стабильности СО, которые заключаются в периодическом контроле массы и размеров конструктивных элементов, выбранных методом случайного отбора при изготовлении СО и хранящихся в условиях эксплуатации СО.

СО были зарегистрированы в Государственном реестре утвержденных типов СО Российской Федерации под номерами 3695–87 и 3696–87¹ и по представлению ФГУП «УНИИМ» были признаны в качестве МСО под номером 1564:2009 (11 стран, в т.ч. РФ)².

Поскольку держателем СО является АО «Казчерметавтоматика», то эти СО были также зарегистрированы в Государственном реестре утвержденных типов СО Республики Казахстан³ и, по предложению ФГУП «УНИИМ», были представлены АО «Казчерметавтоматика» для признания в качестве МСО. В настоящее время СО зарегистрированы в реестре МСО⁴.

ГСО обеспечивают единство и требуемую точность измерений влагосодержания (массовое отношение влаги) и насыпной плотности доменного кокса нейтронными влагомерами и влагомерами-плотномерами посредством передачи единицы влагосодержания и насыпной плотности средством поверки нейтронных влагомеров, находящихся в эксплуатации на предприятиях Республики Казахстан и России [16, 17].

¹ ГСО 3695–87/3696–87. СО влагосодержания и насыпной плотности доменного кокса (комплект) / ФГУП «УНИИМ», РФ и АО «Казчерметавтоматика», РК.

² МСО 1564:2009. СО влагосодержания и насыпной плотности доменного кокса (комплект) / ФГУП «УНИИМ», РФ и АО «Казчерметавтоматика» РК. – Реестр МСО состава и свойств веществ и материалов участников соглашения [сайт]. URL: http://www.easc.org.by/russian/infres_metrolog.php (срок действия сертификата с 2013 года не продлевается, см. примеч. 4 – МСО 1972:2015).

³ KZ.03.01.00008–2003. ГСО влагосодержания и насыпной плотности доменного кокса (комплект) / АО «Казчерметавтоматика», ФГУП «УНИИМ». – Реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан (Раздел 3 «Утвержденные типы стандартных образцов состава и свойств веществ и материалов») [сайт]. URL: <http://kazinmetr.kz/si/index.php?mode=sir3&SERT=KZ.03.01.00008-2003>.

⁴ МСО 1972:2015. СО влагосодержания и насыпной плотности доменного кокса (комплект) / АО «Казчерметавтоматика», РК и ФГУП «УНИИМ», РФ // Реестр МСО состава и свойств веществ и материалов государств – участников Соглашения.

Межгосударственными стандартами регламентировано применение стандартных образцов и средств поверки, аттестованных с применением данного СО при установлении метрологических характеристик нейтронных влагомеров. Нормативные документы разрабатывались и пересматривались в соответствии с предъявленными к ним новыми требованиями и с появлением новых утвержденных типов средств измерений в течение всего периода применения СО^{1, 2, 3, 4, 5} [25, 26].

Следует отметить, что такая характеристика СО, как насыпная плотность доменного кокса, рассматриваемая на начальном этапе разработки СО в качестве дополнительной, как влияющая на точность измерения влажности нейтронным методом [21], в дальнейшем приобрела статус основной [22]. Аттестация этой физической величины в качестве основной характеристики позволила применять СО для градуировки новых типов СИ – нейтронных влагомеров-плотномеров [12].

В настоящее время в АО «Казчерметавтоматика» ведутся исследования по созданию СИ на основе нейтронного метода для измерения зольности доменного кокса в потоке, что приводит к необходимости разработки СО свойств с одновременным хранением и воспроизведением величин влажности, насыпной плотности и зольности доменного кокса. Так были предложены технические решения для создания СО имитаторов величины зольности доменного кокса, позволяющие воспроизводить с необходимой точностью химический состав основных золообразующих элементов доменного

кокса. При этом для воспроизведения элементного состава золообразующих элементов в СО используют стержни и вставки из кварцевых (SiO₂) или алюминиевых (Al) трубок с помещенными в них железными (Fe) прутками и мраморной крошкой (CaO)⁶ [27, 28].

Как следует из указанных работ, уже первые попытки в этом направлении позволяют получить принципиально новые характеристики СО в части адекватности химического состава СО натуральному коксу.

Значительный интерес могут представлять также дальнейшие разработки в направлении обоснования критериев адекватности ядерно-физических свойств имитатора доменного кокса ядерно-физическим свойствам натурального кокса.

Полученные результаты работ по созданию и применению СО, а также отмеченные здесь некоторые задачи и направления дальнейших исследований по развитию СО, бесспорно, полностью не решают и далеко не исчерпывают проблемы приготовления СО свойств доменного кокса. Тем более будет оправдана и очевидна необходимость расширения исследований, посвященных этим вопросам.

Выводы

1. Приведено описание нейтронного метода измерения влажности и насыпной плотности доменного кокса, а также влагомеров и влагомеров-плотномеров, применяемых при автоматическом контроле этих показателей.

2. Указаны причины, вызвавшие необходимость разработки СО влагосодержания и насыпной плотности доменного кокса по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления с применением веществ и материалов, элементный состав которых идентичен элементному составу кокса.

3. Приведено описание конструкции СО. Приведены интервалы допускаемых аттестованных значений характеристик СО, а также границы допускаемых значений их погрешностей.

4. Предложены возможные направления дальнейшего развития деятельности по созданию СО свойств доменного кокса по расчетно-экспериментальной процедуре приготовления. Указаны перспективные технические решения, позволяющие расширить количество новых аттестованных характеристик СО, в частности за счет хранения и воспроизведения размера величины зольности доменного кокса.

¹ 10892–87 Комплект образцовых эквивалентных мер КОЭМ-7600 / ОПКБ НПО «Черметавтоматика», г. Караганда, Республика Казахстан. – Государственный реестр средств измерений Российской Федерации [сайт]. URL: http://www.fundmetrology.ru/10_tipy_si/7list.aspx?z=&n=10892-87.

² KZ.08.02.00060–2011. Комплект образцовых эквивалентных мер КОЭМ-7600-01 / АО «Казчерметавтоматика», г. Караганда. – Реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан [сайт]. URL: <http://kazinmetr.kz/si/index.php?mode=sir6&SERT=KZ.08.02.00060-2011>.

³ KZ.08.02.00130–2013. Комплект образцовых эквивалентных мер КОЭМ-7600-02 / АО «Казчерметавтоматика», г. Караганда. – Реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан [сайт]. URL: <http://kazinmetr.kz/si/index.php?mode=sir6&SERT=KZ.08.02.00130-2013>.

⁴ KZ.08.02.0059–2011. Компаратор влагомер нейтронный стационарный ВНС-7652М-К / АО «Казчерметавтоматика», г. Караганда. – Реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан [сайт]. URL: <http://kazinmetr.kz/si/index.php?mode=sir6&SERT=KZ.08.02.00059-2011>.

⁵ KZ.08.02.00121–2013. Компаратор влагомер-плотномер нейтронный стационарный ВПНС-7716-К / АО «Казчерметавтоматика», г. Караганда. – Реестр государственной системы обеспечения единства измерений Республики Казахстан [сайт]. URL: <http://kazinmetr.kz/si/index.php?mode=sir6&SERT=KZ.08.02.00121-2013>.

⁶ База патентов Казахстана [сайт]. URL: <http://kzpatents.com/patents/savyolov-vladimir-dmitrievich>.

ЛИТЕРАТУРА

1. *Бугаев К.М.* Распределение газов в доменных печах. М.: Metallurgia, 1974. 176 с.
2. Доменное производство. Справочник. В 2-х т. Т. 1. / под ред. И.П. Бардина. М.: Metallurgizdat, 1963. 648 с.
3. Доменное производство. Справочное издание. В 2-х т. Т. 1: Подготовка руд и доменный процесс / под ред. Е.Ф. Вегмана. М.: Metallurgia, 1989. 496 с.
4. *Харькина Л.М., Кузниченко А.Ф.* Продукция черной металлургии. Каталог: Кокс. Коксохимическая продукция. М.: Центр. НИИ информации и технико-экономич. исслед. черной металлургии, 1980. 91 с.
5. *Праздников А.В., Клоцман Е.Я., Головки В.И.* Системы шихтоподачи в доменном производстве. М.: Metallurgia, 1980. 200 с.
6. ГОСТ 19611–74 Влагомеры нейтронные. Типы и основные параметры М.: Изд-во стандартов, 1975. 3 с.
7. ГОСТ 8.530–85 Государственная система обеспечения единства измерений. Влажность доменного кокса. Методика выполнения измерений нейтронными влагомерами. М.: Изд-во стандартов, 1985. 12 с.
8. ГОСТ 32890–2014 Влажность доменного кокса. Нейтронный метод измерения влажности. Минск, 2014. 32 с.
9. *Берлинер М.А.* Измерения влажности. М.: Энергия, 1973. 400 с.
10. ГОСТ 23061–2012 Грунты. Методы радиоизотопных измерений плотности и влажности. М.: Стандартинформ, 2014. 19 с.
11. ГОСТ 8.530–2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Влажность и насыпная плотность доменного кокса. Методика выполнения измерений нейтронными влагомерами и влагомерами-плотномерами. Минск, 2010. 16 с.
12. ГОСТ 19611–2010 Влагомеры и влагомеры-плотномеры нейтронные. Типы и основные параметры. Минск, 2010. 8 с.
13. Влагомер для доменного кокса / А.К. Стройковский [и др.] // Черная металлургия. Бюллетень института «Черметинформация». 1977. № 2 (790). С. 52–53.
14. Микропроцессорное устройство обработки и управления для нейтронного влагомера сыпучих материалов / А.К. Стройковский [и др.] // Измерительная техника. 1985. № 3. С. 35–37.
15. *Савелов В.Д.* Нейтронные влагомеры ВНС-7652 и ВНС-7652М для измерения влажности и насыпной плотности доменного кокса // Практика приборостроения. 2003. № 3. С. 32–40.
16. ОСТ 14–13–22–88 Ведомственная поверочная схема для средств измерений влагосодержания доменного кокса. М.: Мин-во черной металлургии СССР, 1988. 6 с.
17. ГОСТ 8.598–2010 Государственная система обеспечения единства измерений. Государственная поверочная схема для средств измерений влажности и насыпной плотности доменного кокса. Минск, 2010. 6 с.
18. Способ градуировки нейтронных влагомеров и влагоплотномеров: пат. 14372, Респ. Казахстан, МКИЗ G01N 23/12 / В.Д. Савелов; опубл. 14.03.08, Бюл. № 3.
19. *Романов В.Г.* Состояние влагометрии твердых веществ и перспективы ее развития // Измерительная техника. 1976. № 7. С. 55–57.
20. *Терехов В.П., Стройковский А.К.* Контроль влажности продуктов обогащения. М.: Недра, 1991. 172 с.
21. Государственные стандартные образцы влагосодержания доменного кокса (комплект). Техническое задание ТЗ 112–83. Караганда, 1983. 10 с.
22. Государственные стандартные образцы влагосодержания и насыпной плотности доменного кокса (комплект). Дополнение № 1 к техническому заданию ТЗ 112–83. Караганда, 1986. 6 с.
23. ГОСТ 8.315–97 Государственная система обеспечения единства измерений. Стандартные образцы состава и свойств веществ и материалов. Основные положения. М.: Изд-во стандартов, 2004. 25 с.
24. МИ 1992–98 Рекомендация. Государственная система обеспечения единства измерений. Метрологическая аттестация стандартных образцов состава веществ и материалов по процедуре приготовления. Основные положения. Екатеринбург: Госстандарт России, УНИИМ, 1998. 8 с.
25. ГОСТ Р 8.666–2009 Государственная система обеспечения единства измерений. Влагомеры нейтронные. Методика поверки. М.: Стандартинформ, 2010. 8 с.
26. ГОСТ 8.442–2011 Государственная система обеспечения единства измерений. Влагомеры и влагомеры-плотномеры нейтронные стационарные. Методы и средства поверки. Минск, 2011. 20 с.
27. Эталонный образец для градуировки нейтронных влагоплотномеров и золомеров кокса: предвар. патент № 12647, Респ. Казахстан, МКИЗ G01N 23/00, G01N 23/09 / В.Д. Савелов, Т.С. Намазбаев, Е.П. Сизова. Опубл. 15.01.03, бюл. № 1.
28. Эталонный образец для градуировки нейтронных влагоплотномеров и золомеров кокса: предвар. Патент № 16210, Респ. Казахстан, МКИЗ G01N 23/00, G01N 23/09 / В.Д. Савелов, Т.С. Намазбаев, Е.П. Сизова. Опубл. 15.09.05; бюл. № 9.

REFERENCE MATERIALS FOR RATIO OF MOISTURE CONTENT AND BULK DENSITY OF BLAST FURNACE COKE FOR NEUTRON MOISTURE AND DENSITY METERS: DEVELOPMENT AND USE EXPERIENCE

V.D. Savyolov ¹, A.S. Zaporozhets ²

¹ JSC “Kazchermetavtomatika”
1a, Rybalko str., Karaganda, 100004, Republic of Kazakhstan
E-mail: vdsavyolov@yandex.ru

² Ural Research Institute for Metrology (UNIIM)
4, Krasnoarmejskaia str., Ekaterinburg, 620000, Russian Federation
E-mail: vlaga@uniim.ru

The article deals with reference materials for moisture and bulk density of blast furnace coke for graduation of neutron moisture and density meters. Reference materials are produced from substances and materials which element content is identical to coke elemental content coke.

Key words: reference materials, moisture, bulk density, blast furnace coke, neutron moisture meter, neutron moisture and density meter.

✓ **When quoting reference:** Savyolov V.D., Zaporozhets A.S. Standartnye obraztsy vlagosoderzhaniia i nasypnoj plotnosti domennogo koksa dlia nejtronnykh vlagomerov i vlagomerov-plotnomerov: opyt razrabotki i primeneniia [Reference materials for ratio of moisture content and bulk density of blast furnace coke for neutron moisture and density meters: development and use experience]. *Standartnye obrazcy – Reference materials*, 2016, No. 1, pp. 31–41. (In Russian).

REFERENCE

1. Bugaev K.M. *Raspredelenie gazov v domennykh pechakh* [Distribution of gas in blast furnaces]. Moscow, Metallurgii Publ., 1974, 176 p. (In Russian).
2. Bardin I.P. (ed.). *Domennoe proizvodstvo*. Spravochnik T. 1. [Blast furnace process: Guide. Vol. 1]. Moscow, Metallurgizdat Publ., 1963, 648 p. (In Russian).
3. Vegman E.F. (ed.). *Domennoe proizvodstvo*. Spravochnoe izdanie. T. 1: Podgotovka rud i domennyi protsess [Blast furnace process: Guide. Vol. 1: Preparation and blast furnace process]. Moscow, Metallurgii Publ., 1989, 496 p. (In Russian).
4. Kharkina L.M., Kuznichenko A.F. *Produktsiia chernoi metallurgii. Katalog: Koks. Koksokhimiicheskaia produktsiia* [Iron industry products. Catalogue: Coke. Coke-chemical products]. Moscow, Tsentralnyi nauchno-issledovatel'skij institut informatsii i tekhniko-ekonomicheskikh issledovaniy chernoi metallurgii, 1980, 91 p. (In Russian).
5. Prazdnikov A.V., Klotsman E.Ia., Golovko V.I. *Sistemy shikhtopodachi v domennom proizvodstve* [Charge supply systems in blast furnace process]. Moscow, Metallurgii Publ., 1980, 200 p. (In Russian).
6. GOST 19611–74 Vlagomery nejtronnye. Tipy i osnovnye parametry [Moisture meters neutron. Types and basic parameter]. Moscow, Izdatelstvo standartov Publ., 1975, 3 p. (In Russian).
7. GOST 8.530–85 Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenij. Vlazhnost' domennogo koksa. Metodika vypolneniia izmerenij nejtronnymi vlagomerami [State system for ensuring the uniformity of measurements. Blast-furnace coke humidity. Measurement procedure by neutron moisture meter]. Moscow, Izdatelstvo standartov Publ., 1985, 12 p. (In Russian).
8. GOST 32890–2014 Vlazhnost' domennogo koksa. Nejtronnyj metod izmereniia vlazhnosti [Moisture of blast furnace coke. Neutron method for moisture measurements]. Minsk, 2014, 32 p.
9. Berliner M.A. *Izmereniia vlazhnosti* [Moisture measurements]. Moscow, Energiia Publ., 1973, 400 p. (In Russian).
10. GOST 23061–2012 Grunty. Metody radioizotopnykh izmerenij plotnosti i vlazhnosti [Soils. Methods for radioisotope measurement of density and humidity]. Moscow, Standartinform Publ., 2014, 19 p. (In Russian).
11. GOST 8.530–2010 Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenij. Vlazhnost' i nasypnaia plotnost' domennogo koksa. Metodika vypolneniia izmerenij nejtronnymi vlagomerami i vlagomerami-plotnomerami [State system for ensuring uniformity of

- measurements. Moisture and bulk density of blast furnace coke. Measurement method for neutron moisture meters and density analyzers]. Minsk, 2010, 16 p.
12. GOST 19611–2010 Vlagomery i vlagomery-plotnomery neitronnye. Tipy i osnovnye parametry [Moisture and density meters. Types and basic parameters]. Minsk, 2010, 8 p.
 13. Stroikovskii A.K. [et al.]. Vlagomer dlia domennogo koksa [Humidity meter for blast furnace coke]. *Chernaia metallurgii. Biulleten' instituta «Chermetinformatsia» – Chermetinformatsia Bulletin*, 1977, № 1, pp. 52–53. (In Russian).
 14. Stroikovskii A.K., Pershin A.A., Proniakin V.A., Savelov V.D. Mikroprotsessornoe ustroystvo obrabotki i upravleniia dlia neitronnogo vlagomera syuchikh materialov [Microprocessor unit for processing and control for neutron moisture meter of bulk materials]. *Izmeritel'naia tekhnika – Measurement Techniques*, 1985, No. 3, pp. 35–37. (In Russian).
 15. Savelov V.D. Neitronnye vlagomery VNS-7652 i VNS-7652M dlia izmereniia vlazhnosti i nasypnoj plotnosti domennogo koksa [Neutron humidity meter BHC-7652 and BHC-7652M for moisture measurement and bulk density of blast furnace coke]. *Praktika priborostroeniia – Practice of instrument engineering*, 2003, No. 3, pp. 32–40. (In Russian).
 16. OST 14–13–22–88 Vedomstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij vlagosoderzhaniia domennogo koksa [Departmental verification schedule for measuring instruments of moisture of blast furnace coke]. Moscow, Ministerstvo chernoii metallurgii SSSR, 1988, 6 p. (In Russian).
 17. GOST 8.598–2010 Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenij. Gosudarstvennaia poverochnaia skhema dlia sredstv izmerenij vlazhnosti i nasypnoj plotnosti domennogo koksa [State system for ensuring the uniformity of measurements. State verification schedule for measuring instruments of moisture and bulk density of blast furnace coke]. Minsk, 2010, 6 p.
 18. Sposob graduirovki neitronnykh vlagomerov i vlagoplotnomerov [Method of graduation of neutron moisture meters and moisture-density meters]: Patent №14372, Respublika Kazakhstan, MKI3 G01N 23/12 / Savyolov V.D.; 14.03.08; bull. № 3 (In Kazakhstan).
 19. Romanov V.G. Sostoianie vlagometrii tverdykh veshchestv i perspektivy ee razvitiia [Status of water content measurements in solid substances and development perspectives]. *Izmeritel'naia tekhnika – Measurement Techniques*, 1976, No. 7, pp. 55–57. (In Russian).
 20. Terekhov V.P., Stroikovskii A.K. *Kontrol' vlazhnosti produktov obogashcheniia* [Moisture control in concentrates]. Nedra Publ., 1991, 172 p. (In Russian).
 21. Gosudarstvennye standartnye obraztsy vlagosoderzhaniia domennogo koksa (komplekt). Tekhnicheskoe zadanie TZ 112–83 [Certified reference materials of blast furnace coke humidity (set) Technical requirements TR 112–83]. Karaganda, 1983, 10 p.
 22. Gosudarstvennye standartnye obraztsy vlagosoderzhaniia i nasypnoj plotnosti domennogo koksa (komplekt). Dopolnenie №1 k tekhnicheskomu zadaniiu TZ 112–83. [Certified reference materials of blast furnace coke humidity and bulk density (set). Supplement N 1 to Technical requirements TR 112–83]. Karaganda, 1986, 6 p.
 23. GOST 8.315–97 GSI. Standartnye obraztsy sostava i svoistv veshchestv i materialov. Osnovnye polozheniia [State system for ensuring the uniformity of measurements. Certified reference materials of composition and properties of substances and materials. Basic principles]. Minsk, Standartinform Publ., 2008, 28 p. (In Russian).
 24. MI 1992–98 GSI. Metrologicheskaiia attestatsiia standartnykh obraztsov sostava veshchestv i materialov po protsedure prigotovleniia. Osnovnye polozheniia [State system for ensuring the uniformity of measurements. Metrological certification of reference materials of compositions of substance and materials for preparation procedure. Main principles]. Ekaterinburg, 1998, 11 p. (In Russian).
 25. GOST R 8.666–2009 Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenij. Vlagomery neitronnye. Metodika poverki [State system for ensuring the uniformity of measurements. Neutron moisture meters. Methods of verification]. Moscow, Standartinform Publ., 2008, 28 p. (In Russian).
 26. GOST 8.442–2011 Gosudarstvennaia sistema obespecheniia edinstva izmerenij. Vlagomery i vlagomery-plotnomery neitronnye statsionarnye. Metody i sredstva poverki [State system for ensuring the uniformity of measurements. Neutron stationary moisture and density meters. Methods and instruments for verification]. Minsk, 2011, 20 p.
 27. Etalonnyi obrazec dlia graduirovki neitronnykh vlagoplotnomerov i zolomerov koksa [The measurement standard for graduation neutron moisture-density meters and ash meters of blast furnace coke]: predvaritelnyi patent № 12647, Respublika Kazakhstan MKI³ G01N 23/00, G01N 23/09 / V.D. Savyolov, T.S. Namazbaev, E.P. Sizova; 15.01.03; bull. N 1. (In Kazakhstan).
 28. Etalonnyi obrazec dlia graduirovki neitronnykh vlagoplotnomerov i zolomerov koksa [The measurement standard for graduation neutron moisture-density meters and ash meters of blast furnace coke]: predvaritelnyi patent № 16210, Respublika Kazakhstan MKI³ G01N 23/00, G01N 23/09 / V.D. Savyolov, T.S. Namazbaev, E.P. Sizova; 15.09.05; bull. N 9. (In Kazakhstan).