УДК 543.275.1:681.12

О.М.БОЛЬШУНОВА, М.А.СЕМЕНОВ
Санкт-Петербургский государственный горный институт (*технический университет*)

ПОВЫШЕНИЕ ТОЧНОСТИ ИЗМЕРЕНИЯ ВЛАЖНОСТИ СЫПУЧИХ МАТЕРИАЛОВ ДИНАМИЧЕСКИМ ТЕРМОВАКУУМНЫМ МЕТОДОМ

Для повышения точности измерения влажности сыпучих материалов динамическим термовакуумным методом в диапазоне свыше 20 % предложено использовать параметры температурной кривой вакуумируемой пробы, характеризующие процесс замерзания влаги в материале. Представлены аналитические соотношения, связывающие массу воды в вакуумируемой пробе до начала процесса кристаллизации с параметрами температурной кривой и начальной влажностью материала, а также результаты экспериментальных исследований, подтверждающие адекватность теоретической модели.

With the aim of increasing the accuracy of humidity measurement in bulk materials with application of the dynamic thermal vacuum method within the range above 20 % it was suggested to use temperature curve parameters of the vacuumized sample which characterize moisture freezing in the material. The paper offers analytical dependences describing correlations between the volume of water in the vacuumized sample before crystallization begins and parameters of the temperature curve and initial moisture content in the material as well as experimental research results that prove the adequacy of the model offered.

Термовакуумные методы (ТВ-методы) успешно зарекомендовали себя при измерении влажности сыпучих продуктов горно-обогатительной, горно-химической, металлургической и химической промышленностей [1-5]. Основными достоинствами рассматриваемых методов являются высокая точность и экспрессность, а также отсутствие влияния на результат измерения химического состава анализируемого материала [3, 5, 6].

Все ТВ-методы основаны на одном и том же физическом явлении – изменении температуры вакуумируемой пробы влажного материала вследствие десорбции влаги. В классическом ТВ-методе влажность определяется по температурному экстремуму, который считается соответствующим моменту выхода свободной и слабосвязанной воды из анализируемой пробы [5]. Однако данный подход в основном применяется для измерения малых значений влажности, так как в противном случае возможно замерзание воды в пробе, что не позволяет закончить измерение.

Динамический ТВ-метод основан на анализе динамики выхода влаги из вакуумируемой пробы исследуемого материала. В качестве информативного параметра рассматривается коэффициент $\alpha_и$, который характеризует скорость десорбции влаги и обратно пропорционален влажности исследуемого материала. Коэффициент $\alpha_и$ определяется на основании статистической обработки измерительной информации, полученной при анализе начального участка температурной кривой, имеющего экспоненциальный характер и ограниченного временем наступления температурного экстремума или временем замерзания воды в пробе. Время выделения измерительной информации сокращается до нескольких секунд, так как отпадает необходимость в ожидании момента наступления температурного экстремума [4, 5].

Динамический ТВ-метод применяется при влажности сыпучего материала приблизительно до 20 %. Ограничение вызвано снижением точности измерения динамическим ТВ-методом при влажности свыше 20 % по двум причинам. Во-первых, вслед-

ствие очень быстрого замерзания вакуумируемых проб высокой влажности не всегда удается за цикл измерения собрать экспериментальные данные, достаточные для корректной статистической обработки и расчета коэффициента $\alpha_и$. Во-вторых, для некоторых материалов наблюдается изменение экспоненциального характера течения температурного процесса при вакуумировании проб высокой влажности. Например, при визуальном наблюдении за ходом процесса десорбции из вакуумируемой пробы мелкодисперсного речного песка с влажностью 15 % видимых изменений не происходило, а при влажности 25 % наблюдалось вспучивание пробы и образование полостей, что приводило к искажению экспоненциального характера температурной кривой вакуумируемой пробы.

С целью повышения точности измерения динамическим ТВ-методом проводились экспериментальные исследования температурных процессов, протекающих в вакуумируемых пробах сыпучих материалов с влажностью свыше 20 %. При этом наибольшее внимание уделялось участкам температурной кривой, характеризующим процесс замерзания воды в пробе, которые раньше полностью исключались из рассмотрения, как не несущие измерительную информацию. В результате проведенных исследований получены температурные кривые, отличающиеся наличием температурного скачка и участка температурной стабилизации при замерзании пробы (рис.1).

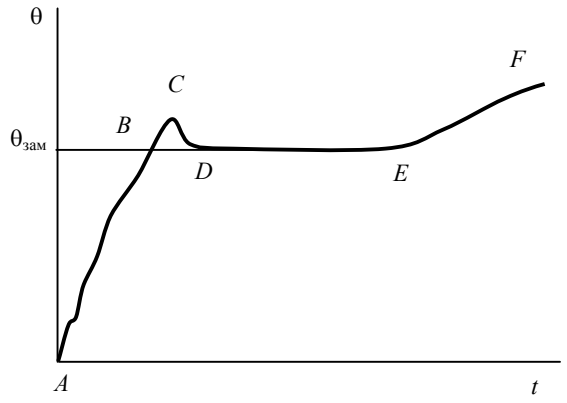


Рис.1. Изменение температуры пробы сыпучего материала с высокой начальной влажностью

В соответствии с рис.1 температурную кривую вакуумируемой пробы можно разбить на пять участков: *AB* – десорбция влаги; *BC* – переохлаждение влаги ниже температуры кристаллизации воды; *CD* – повышение температуры пробы до температуры кристаллизации воды вследствие выделения теплоты фазового перехода; *DE* – стабилизация температуры пробы вследствие кристаллизации воды; *EF* – сублимация.

Рассмотрим более подробно участки *BCD* и *DE* температурной кривой.

Температурный скачок на кривой (участок *BCD*) возникает вследствие выделения теплоты фазового перехода, уравнение энергетического баланса для пробы в простейшем случае можно представить в виде

$$m_{\text{âê}}c_{\text{â}}\Delta T_{\text{ê}} + (m_{\text{ñóõ}}\tilde{n}_{\text{ñóõ}} + C_{\text{ê}})\Delta T_{\text{ê}} - r_{\text{ê}}m_{\text{âê}} = 0, \quad (1)$$

где $m_{вк}$ – масса воды в пробе на момент начала кристаллизации; $c_в$ – удельная теплоемкость воды; $\Delta T_к$ – переохлаждение пробы ниже температуры кристаллизации воды; $m_{сух}$ – масса сухого материала в пробе; $c_{сух}$ – удельная теплоемкость сухого материала; $C_к$ – теплоемкость кюветы; $r_к$ – удельная теплота кристаллизации воды.

Из уравнения (1) видно, что величина скачка на температурной кривой зависит от массы воды в пробе на момент начала кристаллизации, значение которой можно определить, используя закон изменения влагосодержания, предложенный в работе [2],

$$m_{\text{âê}} = \left[u_0 - bu_0\left(1 - \exp(-\alpha_{\text{è}}t_{\text{ê}})\right)\right]m_{\text{ñóõ}}, \quad (2)$$

где u_0 – начальное влагосодержание пробы материала; b – коэффициент, характеризующий полноту извлечения влаги из пробы; $\alpha_и$ – коэффициент, характеризующий скорость десорбции влаги, принимаемый в динамическом ТВ-методе в качестве информативного параметра; $t_к$ – момент начала процесса кристаллизации влаги в пробе.

Влагосодержание материала связано с влажностью соотношением

$$u_0 = \frac{w_0}{1 - w_0},$$

где w_0 – начальная влажность пробы в относительных единицах.

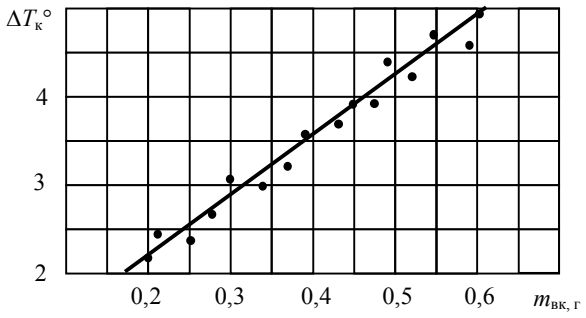


Рис.2. Экспериментальная зависимость высоты температурного скачка от массы воды в пробе на момент начала кристаллизации, полученная для мелкодисперсного речного песка

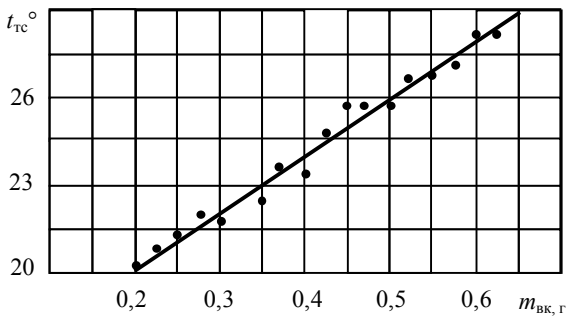


Рис.3. Экспериментальная зависимость ширины участка температурной стабилизации от массы воды в пробе на момент начала кристаллизации, полученная для мелкодисперсного речного песка

Коэффициент десорбции определяется по формуле, предложенной в [6],

$$\alpha_{è} = \frac{S\rho}{bu_0 m_{ñóõ}}, \qquad (3)$$

где S – быстрота откачки вакуумной камеры; ρ – плотность насыщенного водяного пара.

Таким образом, величина скачка на температурной кривой определяется начальными параметрами пробы (влажностью и массой) и коэффициентом десорбции $\alpha_и$. Этот вывод подтверждает экспериментальная зависимость температурного скачка от массы воды в пробе на момент начала кристаллизации, полученная для мелкодисперсного речного песка (рис.2).

После выделения энергии в процессе кристаллизации воды температура пробы не меняется до полного создания решетки, что на температурной кривой характеризуется участком температурной стабилизации DE шириной $t_{тс}$, пропорциональной массе воды в пробе на момент начала кристаллизации, которая определяется по формуле (2). На рис.3 представлена экспериментальная зависимость ширины участка температурной стабилизации от массы воды в пробе на момент начала кристаллизации, полученная для мелкодисперсного речного песка.

Таким образом, величина скачка и ширина участка стабилизации на температурной кривой вакуумируемой пробы сыпучего материала несут информацию о его влажности и могут использоваться для коррекции результатов измерения, полученных динамическим ТВ-методом, что особенно актуально для слаборастворимых в воде материалов при влажности свыше 20 %.

ЛИТЕРАТУРА

1 Автоматический контроль влажности сыпучих материалов в процессе их получения и переработки / Е.С.Кричевский, Р.М.Проскуряков, В.Г.Дейч и др. // Известия вузов. Горный журнал. 1973. № 9. С.150-155.

2 *Кричевский Е.С.* Контроль влажности твердых и сыпучих материалов / Е.С.Кричевский, А.Г.Волченко, С.С.Галушкин. М., 1987. 120 с.

3 *Кричевский Е.С.* Термовакуумная влагометрия – новый метод измерения влажности / Е.С.Кричевский, А.Г.Волченко, Ю.В.Подгорный // Измерительная техника. 1976. № 7. С.69-71.

4 *Маларев В.И.* Динамический термовакуумный метод измерения влагосодержания сыпучих материалов / В.И.Маларев, И.В.Богданов, Р.М.Проскуряков // Международный симпозиум по проблемам прикладной геологии, горной науки и производства; СПГГИ. СПб, 1993. С.194-205.

5 *Проскуряков Р.М.* Теоретические основы и анализ систем термовакуумной влагометрии. Л.: Из-во ЛГУ, 1991. 180 с.

6 *Терехов В.П.* Контроль влажности продуктов обогащения / В.П.Терехов, А.К.Стройковский. М.: Недра, 1991. 172 с.