

**УСОВЕРШЕНСТВОВАНИЕ МЕТОДИКИ ИСПЫТАНИЯ
ПРОЧНОСТИ КОКСА В ГОРЯЧЕМ СОСТОЯНИИ**

Н. М. СМОЛЬЯНИНОВА, А. М. СТУКАЛОВ, А. В. ВИХАРЕВ

(Представлена научно-методическим семинаром ХТФ)

Интенсификация доменного процесса, строительство доменных печей большого объема вызывают повышение требований к качеству кокса и в первую очередь к физико-механическим свойствам его как разрыхлителя доменной шихты.

С другой стороны, расширение сырьевой базы коксования, использование для получения кокса малодефицитных углей, обладающих пониженной спекаемостью, создание принципиально новых непрерывных методов коксования приводят к получению кокса с иной, чем у обычного, структурой и, следовательно, с другими свойствами, в том числе физико-механическими.

Все это требует новых, углубленных способов исследования и оценки механических свойств кокса, которые позволили бы предвидеть поведение кокса в доменном процессе.

Существующие методы оценки механической прочности металлургического кокса (барабанные пробы, метод сбрасывания) дают не вполне удовлетворяющие производство результаты. Это объясняется несоответствием условий испытания механической прочности с действительными условиями, имеющими место в доменной печи.

В барабанах кокс разрушается только под воздействием механических усилий (истирающих и дробящих), а в доменной печи разрушение кусков происходит при одновременном воздействии на них механических усилий, высоких температур и реакционных газов. Поэтому для более правильной оценки качества доменного кокса представляет большой практический интерес изучение степени и характера разрушения кусков кокса в условиях, приближающихся к таковым в доменной печи.

Большинство посвященных указанному вопросу исследований показало, что при одновременном воздействии механических усилий и высоких температур разрушение кокса всегда выше, чем в холодном состоянии.

На кафедре химической технологии топлива ТПИ предложен метод испытания прочности кокса в горячем состоянии и проведено исследование совместного влияния термических и механических усилий, а также газовой среды на структурную прочность в широком интервале температур¹⁾. Этот метод, предназначенный для лабораторных исследований,

¹⁾ Н. М. Смольянинова, А. А. Каплин, Л. М. Васильева. Исследование прочности кокса в горячем состоянии, Кокс и химия, № 5, стр. 25—28, 1961.

выявил ряд интересных закономерностей в поведении кокса при вторичном нагреве.

Однако при исследовании различных типов кокса, как промышленных, так и лабораторных образцов, отличающихся по структуре, оказалось затруднительным получить хорошую сходимость параллельных определений. Иногда разница доходила до 10 и даже более процентов. Причиной этого, по нашему мнению, является недостаточно обоснованная методика испытаний. Сказанное относится как к выбору первоначального размера кусочков кокса (15—20 мм), так и к выбору количества и диаметра шаров. При создании способа и разработке методики за основу нами был принят метод Всесоюзного института минерального сырья²⁾, предназначенный для определения механической прочности угля на истирание.

С целью повышения надежности указанного метода нами проведена работа по его усовершенствованию. Изучено влияние на структурную прочность кокса и воспроизводимость результатов следующих факторов: 1) веса пробы; 2) размера кусочков; 3) количества и размера шаров; 4) методики приготовления пробы для анализа и оценки результатов испытания.

Для опытов использовался кемеровский кокс, весьма неравномерный по качеству и неоднородный по структуре. Чтобы получить более однородный материал, части кусков кокса, примыкающие по шву пирога, отделялись перед приготовлением пробы. Часть проб готовилась из цельных кусков, т. е. без отделения губки.

Навеска кокса для испытания механической прочности получалась путем дробления кокса на щековой дробилке, тщательного перемешивания полученной фракции и ее сокращения (квартование) до требуемой величины.

Опыты проводились сериями, в основном по пять параллельных испытаний в каждой серии. Для серий подсчитывались средние арифметические значения истираемости в процентах (И). Затем определялись отклонения результатов каждого опыта от среднего значения для данной серии.

Среднее арифметическое из этих отклонений именуется как «среднее отклонение от среднего значения истираемости в абсолютных процентах» (А). Эта величина, выраженная в процентах по отношению к средней для серии, названа «средним отклонением от среднего значения истираемости в относительных процентах» (В).

В табл. 1 представлена зависимость точности результатов по определению истираемости от веса пробы кокса, взятой для анализа. Опыты

Таблица 1

Показатель	В е л и ч и н а н а в е с к и, г			
	15	20	25	30
Среднее значение истираемости (И), %	5,09	4,42	4,66	4,67
Среднее отклонение от среднего значения истираемости в абс. % (А)	0,51	0,39	0,26	0,24
То же в относительных процентах, (В)	10,00	8,40	5,55	5,14

²⁾ Б. Е. К о й ф м а н. Микрометод испытания механической стойкости углей, Заводская лаборатория, № 6, стр. 741—745, 1947.

проводились с размером кусочков 15—20 мм, общим весом шаров 200 г при диаметре шара 15 мм. Вес пробы, равный 15 г, соответствует старой методике.

Из таблицы следует, что увеличение веса пробы улучшает сходимость результатов. По-видимому, при данном размере кусочков проба становится более представительной, хотя бы потому, что количество кусков в ней увеличивается.

Влияние размера шаров при том же размере кусочков и весе шаров, но при весе пробы 25 г, соответствующем достаточно высокой сходимости результатов, представлено в табл. 2.

С уменьшением размера шаров точность определений увеличивается. Этот факт, по-видимому, можно объяснить большим истирающим действием более крупных шаров, т. е. при данном размере испытуемых образцов кокса (15—20 мм) разнородность в размерах и форме кусочков пробы выявляется сильнее при использовании крупных шаров. Однако уменьшать диаметр шаров при сохранении прежнего размера кусочков кокса, подлежащих испытанию, нецелесообразно, так как это приведет к уменьшению чувствительности метода.

Таблица 2

Показатель	Размер шаров, мм		
	13	9,5	5,5
И, %	3,67	3,93	3,42
А, %	0,16	0,15	0,13
В, %	4,47	3,84	3,65

Те же опыты, проведенные при большой длительности вращения барабана (1 час, вместо 20 мин, принятых в методике), показали независимость точности метода от этого фактора.

Увеличение веса шаров вдвое, при данном их размере, повышает точность анализа.

Исследование, проводившееся с кусочками кокса размером 15—20 мм, показало, что данный класс не позволяет получать высокую сходимость результатов — расхождение составляет от 3 до 10% (относительных). При таком размере в пробу входит всего 6—8 кусочков, которые едва ли представляют средние свойства некоторой партии кокса, всегда неоднородного по структуре. Поэтому было решено увеличить число кусочков в навеске путем уменьшения их размера, а также сделать их более равномерными по крупности, т. е. сузить класс. Кроме того, для улучшения воспроизводимости результатов испытания можно было бы увеличить навеску до 20 и даже 30 г, против 15 г, предусмотренных методикой. Однако мы оставили навеску прежней, поскольку при испытании лабораторных образцов кокса обычно имеют дело с небольшими его количествами, что затрудняет получение необходимого для параллельных определений количества проб.

Опытные данные по определению влияния размера кусочков при различном диаметре и весе шаров приведены в табл. 3.

Можно видеть, что для класса 10—12 мм наилучшая сходимость результатов (В-1,93%) получена при размере шара 9,5 мм и их весе 400 г. Для проб, составленных из кусков размерами 5—7 мм, лучшие результаты показывают 8- и 5,5-миллиметровые шары весом 400 г — 2,81 и 2,40% соответственно опыты (№ 12 и 13).

В целом же воспроизводимость результатов при испытании класса 5—7 мм значительно выше, по сравнению с другими классами, при той же величине навески.

Таблица 3

№ пп	Условия опытов			И, %			А, %			В, %		
	фрак- ция, мм	диаметр шаров, мм	вес, ша- ров, г				размеры сит, мм					
				1	2	3	1	2	3	1	2	3
1	15—20	15	200	—	—	5,01	—	—	0,511	—	—	10,00
2	15—20	13	200	—	—	3,79	—	—	0,35	—	—	9,26
3	10—12	13	200	7,52	7,86	8,31	0,46	0,43	0,41	6,12	5,48	4,97
4	10—12	5,5	200	3,63	3,78	3,84	0,19	0,18	0,21	5,34	4,88	5,50
5	10—12	13	400	7,67	7,91	8,28	0,31	0,36	0,38	4,04	4,55	4,58
6	10—12	9,4	400	6,16	6,43	6,68	0,14	0,18	0,13	2,24	2,87	1,93
7	10—12	8	400	5,20	5,48	5,66	0,27	0,30	0,24	5,17	5,55	4,20
8	10—12	5,5	400	4,18	4,38	4,59	0,18	0,16	0,22	4,31	3,54	4,80
9	5—7	15	200	26,61	30,79	35,55	1,06	1,14	2,10	3,99	3,70	5,92
10	5—7	13	200	19,77	28,00	35,50	0,30	1,13	1,65	1,54	4,04	4,65
11	5—7	5,5	200	5,75	6,30	6,76	0,21	0,21	0,27	3,66	3,40	4,00
12	5—7	5,5	400	5,47	6,05	6,70	0,05	0,07	0,16	1,00	1,15	2,40
13	5—7	8	400	8,32	9,50	10,44	0,07	0,16	0,29	0,88	1,73	2,81
14	5—7	13	400	23,80	29,30	36,10	0,40	0,87	1,29	1,68	2,98	3,57

Данные табл. 4 показывают, что с уменьшением диаметра шаров расхождение в результатах параллельных опытов также уменьшается, особенно для мелких классов.

По-видимому, более крупные шары (13,15 мм) оказывают слишком грубое воздействие на мелкие зерна, скалывая острые углы и раздвигая тонкие, продолговатые кусочки. Усиленное дробящее действие крупных шаров вносит дополнительную погрешность в результаты, так как отклонение от средней величины истираемости зависит не только от различия в истираемости параллельных навесок кокса, но и от различия в их дробимости — за счет неправильной и различной формы кусочков.

Малые шары оказывают в основном истирающее действие, поэтому результаты параллельных испытаний оказываются более близкими.

Но слишком маленькие шары (5 и менее мм) брать не следует, так как истирающее действие их на кокс будет недостаточным. Шары диаметром 8 мм обладают уже вполне достаточным истирающим воздействием, давая вполне приемлемые результаты при испытании различных образцов кокса, в том числе сильно отличающихся по прочности. Это подтверждается результатами опытов для различных образцов кокса класса 5—7 мм, при диаметре шаров 8 мм и весе последних 400 г, приведенными в табл. 5. Истираемость кокса здесь оценивалась по выходу класса менее 1 мм.

Таблица 4

Размер зерен, мм	Размер шаров, мм	Значение В, % при	
		200 г шаров	400 г шаров
15—20	13	9,26	3,16
10—12	13	6,12	4,58
10—12	5,5	5,34	4,80
5—7	5,5	3,66	2,40

Возвращаясь к данным табл. 3, можно заметить, что для класса 10—12 мм не наблюдалось никакой правильной зависимости величины А и В от размера шаров (опыты 5—8).

Следует подчеркнуть, что большая часть опытов проводилась нами с шарами, взятыми в количестве 400 г, поскольку, как указывалось выше, с увеличением их веса от 200 до 400 г точность анализа повышается (табл. 3). Возможно, что с повышением веса шаров увеличивается их число и, следовательно, число ударов, приходящееся на один кусочек навески. Каждое зерно получает примерно равное количество механических воздействий, что повышает равномерность истирания навески в целом.

Кроме того, в процессе работы был подвергнут критической оценке показатель истираемости, принятый в первоначальном варианте методики. С этой целью проводились опыты с определением количества коксовой мелочи, прошедшей не только под сито 3 мм, как в старой методике, но и под сито 2 и 1 мм (см. табл. 3). Оказалось, что для кокса крупностью 5—7 мм более воспроизводимые результаты достигаются при определении выхода класса 1 мм, характеризующего истираемость. Для класса 10—12 мм такой закономерности не наблюдалось.

Данные о значении истираемости (И), а также показатели точности анализа (А и В, %), приведенные в табл. 5, получены при найденных в предыдущих опытах оптимальных условиях, но не для партии кокса, от кусков которого отделялась губка, а для отдельных кусков с губкой, т. е. для материала более

Таблица 5

№ опытов	Значения, %		
	И	А	В
1а	9,11	0,08	0,88
1б	8,91	0,10	1,13
2а	11,18	0,10	1,13
2б	11,63	0,32	2,80
3а	20,60	0,60	2,90
3б	21,51	0,13	0,60
7	11,90	0,22	1,87
8	8,01	0,17	2,10

неоднородного, чем в предыдущих опытах. Можно видеть, что сходимость между всеми опытами вполне достаточна — ошибка не более 3% относительных.

Опыты а и б проводились для двух партий, полученных после тщательного смешения и деления фракции на две равные части) из одного и того же куска кокса.

Из табл. 5 можно видеть, что если для одной половины между опытами наблюдалась хорошая сходимость, то для другой, полученной из того же куска кокса, сходимость несколько хуже.

Несмотря на тщательное перемешивание и квартование первичной пробы, погрешность, по-видимому, вносится именно при этих операциях, в результате чего в разные половины фракции попадают зерна, значительно отличающиеся по структурной прочности.

Отсюда следует, что при подготовке пробы для испытания механической прочности необходимо самое тщательное перемешивание перед квартованием. Перемешивание нужно производить всегда определенным способом при одинаковом во всех случаях числе операций и одинаковом способе дробления.

Таким образом, на основании проведенных опытов можно утверждать, что при правильном взятии навески из первичной пробы расхождения между параллельными испытаниями не будут превышать 3% для фракции 5—7 мм, диаметре шаров 8 мм и весе последних 400 г, при величине навески 15 г.

Рекомендуемая методика для испытания структурной прочности кокса на лабораторной установке кафедры ХТТ

Исходный материал (кокс, полукокс и пр.) измельчается на щековой дробилке до 5—7 мм. После отделения класса 5—7 мм зерна кокса, составляющие пробу, перемешиваются 5 раз «на конус» при помощи совочка, после чего квартованием (можно с помощью делителя) выделяются навески по 15 г. Взвешивание производится с точностью до 0,1 г.

В барабан перед опытом загружается 400 г шаров с диаметром 8 мм. Дальнейший ход испытаний проводится по ранее принятой методике.

За показатель истираемости принимается количество коксовой мелочи, прошедшее после испытания под сито 1 мм, выраженное в процентах по отношению к первоначальному весу пробы. (Лучше определять эту величину по разности весов кокса первоначального и оставшегося на сите размером 1, так как тонкая пыль забивается в щели и ее трудно учесть).

Проведенное по данной методике испытание прочности кокса в горячем состоянии в широком интервале температур подтвердило ранее наблюдаемые закономерности в поведении кокса при вторичном нагреве (рис. 1). Следует лишь отметить перемещение минимума истираемости

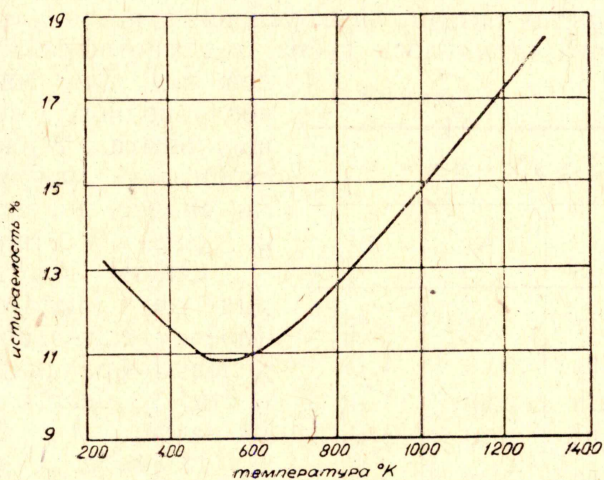


Рис. 1. Истираемость кокса в зависимости от температуры вторичного нагрева (образец кокса Кемеровского КХЗ).

в область более низких температур. Указанное явление, по всей вероятности, связано с более быстрым прогревом мелких зерен кокса и, следовательно, более ранним снятием внутренних напряжений, по сравнению с более крупными кусочками — по прежней методике.