Экспресс-метод определения содержания диоксида железа в угле на основе измерения магнитных свойств

DOI: <http://dx.doi.org/10.18796/0041-5790-2018-3-75-77>

САФОНОВ Андрей Александрович

Горный инженер,
вице-президент по производству АО «Шубарколь комир»,
100027, г. Караганда, Республика Казахстан,
тел.: +7 (701) 972-18-82

ПОРТНОВ Василий Сергеевич

Доктор техн. наук, профессор КарГТУ,
100027, г. Караганда, Республика Казахстан,
тел.: +7 (701) 887-73-75

ПАРАФИЛОВА Римма Умидовна

Старший преподаватель КарГТУ,
100027, г. Караганда, Республика Казахстан,
тел.: +7 (701) 677-90-14

МАУСЫМБАЕВА Алия Думановна

Канд. техн. наук, преподаватель КарГТУ,
100027, г. Караганда, Республика Казахстан,
тел.: +7 (702) 537-70-00

Для использования угля в качестве восстановителя при производстве металлического кремния требуется постоянный контроль содержания трехвалентного железа в угле. При производстве анализов для измерения содержания трехвалентного железа в товарных пробах аналитическим методом необходимы большие затраты времени. Разработанный экспресс-метод определения содержания диоксида железа в угле на основе измерения магнитных свойств позволяет быстро и с достаточной погрешностью измерять содержание трехвалентного железа. На прибор получена метрологическая аттестация.

Ключевые слова: экспресс-метод, уголь, восстановление кремния, содержание трехвалентного железа, измерение магнитной восприимчивости.

ВВЕДЕНИЕ

Угледобывающая компания АО «Шубарколь комир» осваивает новое направление использования угля в качестве восстановителя для получения кристаллического кремния. Кристаллический кремний используется во многих наукоемких областях производства: солнечная энергетика, электроника, приборостроение, атомная промышленность и др. С каждым годом наблюдается увеличение потребления и, соответственно, выработки этого продукта.

Кристаллический кремний получают реакцией восстановления кремния углеродом из диоксида кремния в ру-

дотермических печах при температуре 1800°C. Углеродистые материалы, применяемые в качестве восстановителя при выплавке кремния, должны обладать высокой реакционной способностью, достаточной механической прочностью, высоким электросопротивлением, содержать небольшое количество золы и быть дешевыми. В качестве восстановителя в шихте для выплавки кремния применяются угли, содержащие минимальные количества золы, и самое главное, минимум диоксида железа. Это объясняется тем, что электротермическое восстановление кремния - процесс бесшлаковый. Присутствующие в сырье оксиды других элементов при рудовосстановительной плавке частично восстанавливаются и переходят в кремний, загрязняя его, а диоксид железа снижает диэлектрические свойства. Поэтому контроль содержания золы и содержания диоксида железа в углях, поставляемых для производства кристаллического кремния, имеет первостепенное значение.

ЭКСПРЕСС-МЕТОД ОПРЕДЕЛЕНИЯ СОДЕРЖАНИЯ ДИОКСИДА ЖЕЛЕЗА В УГЛЕ

Экспресс-методов и приборов для определения зольности в углях в настоящее время известно достаточно много, в том числе на основе радиометрических и рентгеновских измерений. А определение содержания диоксида железа в углях производится стандартным аналитическим методом, что не совсем удобно из-за больших затрат времени на проведение анализов [1]. При этом известно, что угли хорошо разделяются по их физическим, в том числе и по магнитным свойствам [2].

В связи с этим специалисты АО «Шубарколь комир» совместно с Научно-исследовательским центром «Ионно-плазменные технологии и современное приборостроение» разработали экспресс-метод определения содержания диоксида железа в угле на основе измерения магнитных свойств. Суть этого метода в следующем: образец, магнитную восприимчивость которого нужно измерить, помещают в катушку индуктивности, при этом индуктивность обмотки изменяется пропорционально магнитной восприимчивости образца (рис. 1).

Для измерения малых изменений индуктивности применен мостовой метод. Для его реализации в приборе используются две одинаковые катушки индуктивности, в одну из которых помещается образец. На эти катушки индуктивности намотаны одинаковые вторичные катушки, которые предназначены для съема напряжения катушек индуктивности. Вторичные обмотки соединены последовательно и противофазно, это приводит к тому, что напряжения на них взаимно компенсируются.

Рис. 1. Блок-схема прибора для определения содержания диоксида железа в угле

Fig. 1. Chart of device for determining iron dioxide content of coal

Входной сигнал рассогласования и опорный сигнал подаются на вход через коммутатор. Оцифрованные выборки входного сигнала в цифровом виде поступают на центральный процессор для их обработки.

Алгоритм цифровой обработки на первом этапе умножает входной и опорный сигналы на комплексную синусоиду той же частоты, в результате чего возникают векторы комплексных амплитуд входного и опорного сигналов.

После этого производится нормализация вектора входного сигнала по вектору опорного сигнала. В результате получают значения амплитуды и фазы сигнала рассогласования. В дальнейшем операции с сигналами проводятся в векторной форме: сначала из вектора сигнала рассогласования вычитается вектор, полученный при тарировании прибора (отсутствии образца), а затем вычисляется проекция вектора сигнала рассогласования на калибровочный вектор. Полученное скалярное значение пропорционально магнитной восприимчивости исследуемого образца.

Рис. 2. Прибор для определения содержания диоксида железа в угле

Fig. 2. Device for determining iron dioxide content of coal

Расчет содержания оксида железа в угле z производится по формуле:

$$z = Ax + By + C,$$

где: x – сигнал магнитной восприимчивости образца; y – зольность угля, %; A , B , C – постоянные коэффициенты, полученные при калибровке прибора.

Для испытаний прибора (рис. 2) на погрешность измерений были изготовлены пробы угля в аналитическом порошке и по ним аналитическим методом по ГОСТ 10538-87 «Топливо твердое. Методы определения химического состава золы» [3] были измерены величины содержания двуокиси железа в угле.

Результаты определения содержания двуокиси железа экспресс-

методом и аналитическим методом приведены в таблице.

Относительная погрешность экспресс-метода рассчитывалась по формуле:

$$(\text{Cr.}^a - \text{Cr.}^b) / \text{Cr.}^b \times 100\%$$

$$(1,352 - 1,319) / 1,319 \times 100\% = 2,5\%.$$

Погрешность аналитических определений согласно ГОСТ 10538-87 «Топливо твердое. Методы определения химического состава золы» для оксида железа от 5 до 10% должна составлять 0,4% абс. или 7,7% отн. для среднего содержания оксида железа 5,2% (см. таблицу).

ВЫВОДЫ

Разработанный экспресс-метод позволяет:

- исключить брак и обеспечить стабильное качество отгружаемого угля как восстановителя при производстве кристаллического кремния;
- снизить время простоев вагонов, загруженных углем;
- исключить применение прекурсоров.

Список литературы

1. Эпштейн С.А., Мейдель И.М., Харахан М.Л. Определение микроэлементов в углях // Горный информационно-аналитический бюллетень. 2015. № 3.
2. Гречухин В.В. Петрофизика угленосных формаций. М.: Недра, 1990.
3. ГОСТ 19538-87 Топливо твердое. Методы определения химического состава золы.

Определение содержания двуокиси железа экспресс-методом и аналитическим методом

Зольность, %	Экспресс-метод	Аналитический метод	
	Fe ₂ O ₃ , кг/т	Fe ₂ O ₃ , кг/т	Fe ₂ O ₃ , %
4,6	1,68	1,98	4,3
2,8	1,45	1,46	5,2
3,5	1,58	1,62	5,7
2,4	1,16	1,22	3,6
2,1	0,98	1,05	5,2
2,6	1,12	1,07	5,0
2,4	1,21	1,32	5,3
2,2	1,13	0,99	5,8
3,6	1,54	1,48	6,3
3,4	1,34	1,33	5,4
–	Cr. ^a 1,319	Cr. ^a 1,352	Cr. ^a 5,2
Относительная погрешность измерений, %	2,5%	7,7%	

UDC 543.822:543.272.62:622.341.1:622.514.47 © A.A. Safonov, V.S. Portnov, R.U. Parafilova, A.D. Mausymbaeva, 2018
ISSN 0041-5790 (Print) • ISSN 2412-8333 (Online) • Ugol' – Russian Coal Journal, 2018, № 3, pp. 75-77

Title

**EXPRESS METHOD DETERMINATION OF THE IRON DIOXIDE CONTENT
IN THE COAL BASED ON THE MEASUREMENT OF MAGNETIC PROPERTIES**

DOI: <http://dx.doi.org/10.18796/0041-5790-2018-3-75-77>

Authors

Safonov A.A.¹, Portnov V.S.², Parafilova R.U.², Mausymbaeva A.D.²

¹“Shubarkol Komir” JSC, Karaganda, 100027, Republic of Kazakhstan

² Karaganda State Technical University (KSTU), Karaganda, 100027, Republic of Kazakhstan

Authors' Information

Safonov A.A., Mining Engineer, Vice-president for production,
tel.: +7 (701) 972-18-82

Portnov V.S., Doctor of Engineering Sciences, Professor, tel.: +7 (701) 887-73-75

Parafilova R.U., Senior Lecturer, tel.: +7 (701) 677-90-14

Mausymbaeva A.D., PhD (Engineering), Lecturer, tel.: +7 (702) 537-70-00

Abstract

In order to use the coal as a reducing agent in the production of metal silicon, permanent monitoring of the ferric iron content of coal is required. Performing analyses in order to measure the ferric iron content in commercial samples by analytical method is very time-consuming. The developed express method determination of the iron dioxide content of coal based on the measurement of magnetic properties allows to measure the content of ferric iron quickly and with sufficient error. The device received a metrological certification.

Figures:

Fig. 1. Chart of device for determining iron dioxide content of coal

Fig. 2. Device for determining iron dioxide content of coal

Keywords

Express method, Coal, Silicon reduction, Ferric iron content, Measurement of magnetic susceptibility.

References

1. Epstein S.A., Meydel I.M. & Kharakhan M.L. Opredelenie mikroelementov v uglyakh [Determination of microelements in coals]. *Gornyy Informatsionno-Analiticheskiy Byulleten'* – Mining Information and Analytical Bulletin, 2015, No. 3.
2. Grechukhin V.V. *Petrofizika uglenosnykh formatsiy* [Petrophysics of coal-bearing formations]. Moscow, Nedra Publ., 1990.
3. GOST 19538-87 Solid fuel. Techniques for determining ash chemical composition.

ЧЕТРА

КОМПЛЕКТУЮЩИЕ И ЗАПАСНЫЕ ЧАСТИ

Сделано в России

РЕКЛАМА

Комплексная поставка запасных
оригинальных частей к технике «ЧЕТРА»

000 «ЧКЗЧ»

тел./факс: (8352) 388-488, 386-455

Перечень официальных дилеров на:
www.chaz-spc.ru, www.chetra-spc.ru