

高温煤灰黏度测控技术研究与实现

郭 峰^{1,2,3}

(1.煤炭科学技术研究院有限公司,北京 100013; 2.国家煤炭质量监督检验中心,北京 100013; 3.煤炭资源高效开采与洁净利用国家重点实验室,北京 100013)

摘要:为了满足国标对测量高温煤灰黏度的要求,设计开发了高温煤灰黏度测控装置,煤灰黏温特性可为设计液态排渣气化炉提供依据。在分析黏度测量和温度控制基本原理的基础上,从结构、硬件、软件 3 个方面设计并实现了温度控制、数据采集与处理一体化的高温煤灰黏度测控装置。利用该装置对试验样品进行实际测试,测量数据稳定、结果可靠,温度在 50~1 700℃ 连续可调,控温精度 $\pm 2^\circ\text{C}$ 。通过同一样品的多次试验以及和国外设备的比对试验可以看出,煤灰黏度大于临界黏度时,相对重复性限小于 20%,煤灰黏度小于临界黏度时,相对重复性限小于 10%,满足 GB/T 31424 的要求。

关键词:煤灰;黏度;高温;黏温曲线;温度控制

中图分类号:TQ533

文献标志码:A

文章编号:0253-4320(2017)12-0171-04

DOI:10.16606/j.cnki.issn 0253-4320.2017.12.041

Research and implementation of measurement and control technology for viscosity of high-temperature coal ash

GUO Feng^{1,2,3}

(1.China Coal Research Institute Company Limited, Beijing 100013, China;

2.China National Coal Quality Supervision and Testing Center, Beijing 100013, China;

3.State Key Laboratory of Coal Mining and Clean Utilization, Beijing 100013, China)

Abstract: In order to meet the requirements of China's national standard for measuring the viscosity of high-temperature coal ash, a measurement and control device for the viscosity of high-temperature coal ash is designed and developed. The viscosity-temperature characteristics of coal ash can provide design basis for liquid slag discharge gasification furnace. On the basis of analyzing the principles for viscosity measurement and temperature controlling, a set of measurement and control device for the viscosity of high-temperature coal ash is designed from structure, hardware and software, which achieves integration of temperature controlling, data acquisition and data processing. The test samples are measured in practical by this device. The results show that the measured data are stable, the measurement results are reliable, the temperature can be continuously adjustable from 50℃ to 1 700℃, the temperature control precision is $\pm 2^\circ\text{C}$. It can be seen through several tests of the same sample and comparison test with foreign equipment that when coal ash viscosity exceeds critical viscosity, the limits of relative repeatability is less than 20%; when coal ash viscosity is less than critical viscosity, the limits of relative repeatability is less than 10%. This device can meet the requirements of GB/T 31424.

Key words: coal ash; viscosity; high-temperature; viscosity-temperature curve; temperature controlling

高温煤灰黏度特性是指煤灰在高温熔融状态时的流动特性,反映了煤灰熔体在降温过程中黏度和温度之间的关系,是动力用煤和气化用煤的重要指标。近年来,为了提高煤炭燃烧效率和充分利用其他劣质燃料^[1],液态排渣的气化炉有了快速发展^[2]。一般认为,液态排渣的气化炉正常排渣黏度为 5~10 Pa·s,最高不能超过 25 Pa·s,超过 25 Pa·s 时需要加入助溶剂,熔渣在重力作用下停止流动的黏度为 100 Pa·s^[2-3]。因此煤灰渣的黏温特性曲线为确定液态排渣窗口温度提供重要依据。

在实验方法方面,原电力工业部制定了《煤灰高温黏度特性试验方法》^[4],煤炭科学研究总院与中科院山西煤化所制定了《煤灰黏度测定方法》^[5]。在测量装置方面,1975 年国家煤炭质量监督检验中

心与鸡西无线电二厂试制成功了完全自主知识产权的 ND74-1 型钢丝扭矩式高温黏度计^[6-7],在我国高温熔体研究领域得到广泛的应用并逐步改进,对冶金、化工、煤炭、建材等领域科研和生产方面的高温熔体黏度测定起到了良好的作用。华东理工大学自行研制的高温流变仪可以测定不同温度(500~1 550℃)下煤灰的黏度特性^[8],其中黏度测量部分采用 Brookfield 流变仪。重庆大学苏玉刚等^[9-10]研制了由计算机、控制柜、高温炉等组成的高温熔体黏度计,并提出了一种阈值控制策略和自适应模糊 PID 控制相结合的控制算法。国外在高温熔体黏度测量方面已经有成熟的产品,如美国 THETA 公司研发的煤灰专用高温黏度计^[11-13],其黏度测量部分亦采用 Brookfield 流变仪,该产品在国内外市场占有率

收稿日期:2017-08-29;修回日期:2017-09-27

基金项目:煤炭科学研究总院检测研究院仪器设备改造升级基金项目(JC2012YQ01)

作者简介:郭峰(1983-),男,硕士,助理研究员,研究方向为检测技术与自动化装置,通讯联系人,010-84261186,cumt333@163.com。

达 80%, 但是其采用的连续测定法会受到降温速率和坩埚材料的影响^[14]。国产高温煤灰黏度测试装置的自动化程度、测量精度等方面落后于国外设备, 但国外设备及配用耗材十分昂贵。为此, 笔者在前人研究的基础上设计了一套煤灰高温黏度测量装置, 在大幅降低设备成本价格的同时, 满足了国标提出的各项性能要求, 实现自主知识产权。

1 测控系统基本原理

黏度和温度是本系统的 2 个关键参数, 因此如何准备测量高温煤灰的黏度并控制炉腔的温度是系统设计的重点, 下面介绍基本原理。

当实验温度高于煤灰的液相线温度时, 流型表现为牛顿流体^[15]。针对不同黏度范围牛顿流体的测量有毛细管法、落球法、旋转法、振动法等^[16], 高温煤灰一般采用旋转法测量黏度。旋转法的基本原理是: 在黏度计的高温炉中放入坩埚, 将试样放入坩埚中加热熔融。在熔体中插入一个耐高温和耐腐蚀的旋转桨, 用马达带动旋转桨头或坩埚旋转(一般多采用静止坩埚的方式), 使熔体和旋转桨头间产生相对运动, 煤灰的黏性扭矩作用于旋转桨头, 煤灰的动力黏度与扭矩的关系可用式(1)表示:

$$\eta_1 = AM/n_1 \quad (1)$$

式中: η_1 为煤灰流体的动力黏度, $\text{Pa}\cdot\text{s}$; M 为煤灰流体作用于旋转桨头的黏性扭矩, $\text{N}\cdot\text{m}$; n_1 为旋转桨头的旋转速度, rad/s ; A 为常数, m^{-3} 。

由式(1)可以看出, 当旋转桨头的形状和旋转速度一定的时候, 煤灰流体的动力黏度 η_1 和旋转桨头受到的黏性扭矩 M 呈正比。通过已知黏度的标准物质标定黏度计, 可以得出黏度计标准工作曲线 (η_1-M 关系曲线), 然后根据样品测定时的扭矩 M 值, 从曲线上查出相应的黏度。

对于温度的控制主要是通过控制输出电压, 进而改变加热电流的大小来实现。通过 PLC 模拟量输出模块调节可控硅移相触发器模块的偏置电压, 触发器模块内部便输出与电网电压同步、脉冲宽度可相对电网电压从 $0^\circ \sim 180^\circ$ 可调节的触发信号, 通过光耦隔离, 输出端便可触发可控硅导通相应的角度, 从而达到改变输出电压的目的。当温度接近设定值时, 加热电流不断改变, 最终使得炉温稳定在设定温度。

2 测控装置主体机械结构设计

装置的上半部分主要由步进电机、扭矩传感器

和动态电机构成, 步进电机负责测量装置的上下移动, 在测量开始/结束的时候将测量转子放入/拿出待测液体, 并在支架上安装限位器起到保护装置的作用。在测量时, 动态电机带动转子旋转, 此时通过扭矩传感器可以测出转子在待测液体中旋转时产生的扭矩, 经过标准曲线的换算后可以得出待测样品的黏度。装置的下半部分是高温炉加热。炉衬内部共安装了 4 根 1800 型硅钼棒, 等距离分布在高温炉四周, 保证了加热效率。在硅钼棒中心放置一个刚玉炉管, 测温热电偶由炉管底部插入到炉管之中用于测定实验时炉管内温度。硅钼棒外部用 1700 型耐火纤维模板制作成一个炉衬, 起到保温作用。

为了保护装置上部的扭矩传感器和下部的热电偶电路、通气管路, 在主体装置的上下部分分别设置了循环冷却水箱。另外, 由于含有金属钼的电热元件、旋转桨头、坩埚支架在高温氧化气氛下容易被腐蚀, 所以通过对一定比例的氮气、氢气混合保护气体的控制, 保证实验在还原性气氛中进行。

3 测控系统设计

3.1 硬件设计

测控系统硬件包括测定仪的控制计算机部分、测量传感器部分以及执行机构部分。

触摸屏、PLC 作为控制计算机部分执行编制的程序来控制系统的运行, 对整个试验系统进行集中协调管理, 即对试验过程控制、采集试验数据、分析处理试验数据, 最后向用户提供符合要求的试验数据, 该部分是测控系统的核心和关键。PLC 选用欧姆龙公司的 CP1E 系列产品, 该机型具有体积小、重量轻、能耗低的特点, 内置有高速计数、脉冲控制、自带整定 PID 运算等功能, 这些功能极大方便了高温煤灰黏度测控系统中对于温度、步进电机等的控制。为了与 PLC 通信兼容以及设计方便, 同样选用了欧姆龙公司的触摸屏, 用来设置参数、显示数据、监控设备状态, 以曲线/动画等形式描绘自动化控制过程, 具有良好的人机交互方式。

温度传感器、扭矩传感器、限位开关、变送器等作为测量传感器部分将检测到的温度、扭矩、限位等信息转换为控制计算机可以识别的电信号, 是实现自动检测和自动控制的首要环节。炉膛温度、扭矩是系统要测量的关键参数。温度测量选用铂铑 30-铂铑 6 热电偶, 该热电偶长期最高使用温度为 $1\ 700^\circ\text{C}$, 短期最高使用温度为 $1\ 800^\circ\text{C}$ 。安装时采用刚玉管保护。由于高温煤灰在液态时黏度较小

($\leq 1 \text{ Pa}\cdot\text{s}$), 在规定转子大小和转速的情况下, 测得的扭矩值也很小 ($\leq 0.000 1 \text{ N}\cdot\text{m}$), 因此本系统选用型号为 CKY-805 微量程的扭矩传感器, 量程为 $0.01 \text{ N}\cdot\text{m}$ 。该扭矩传感器采用应变区跟发射区分开布置设计, 使应变片避开轴承影响, 有效地改善和提高传感器抗过载能力及产品精度。

可控硅模块、水泵、风扇、电磁阀、步进电机等作为执行机构部分主要接收控制计算机发出的控制信号, 实现对单体设备的“启”、“停”以及加热电流的控制。温度控制是整个系统的关键部分, 通过 PLC 模拟量输出单元控制可控硅移相触发器以改变可控硅模块的负载电压, 进而实现对硅钼棒加热电流的控制。由于硅钼棒阻值很小 (常温下本设备选用的 4 根硅钼棒串联后的电阻为 0.06Ω), 直接将硅钼棒作为可控硅模块的负载会导致加热电流巨大, 对可控硅模块的选型要求较高, 所以采用变压器作为过渡, 可以很好解决这个问题。

3.2 软件设计

测控装置软件主要包括标定 1、标定 2 和工作 3 个主程序以及若干子程序。标定 1 是利用硅油进行常温标定, 标定 2 是利用硼酞进行高温标定, 工作是测量煤灰的临界黏度值。标定 2 和工作的程序流程大致相同, 所以下面仅对标定 1 和工作的程序流程设计进行说明。

标定 1 主要是测量旋转桨头在 6 种黏度值已知 (约为 $1、5、10、25、50、100 \text{ Pa}\cdot\text{s}$) 的硅油中旋转时的扭矩, 以二维曲线的形式拟合出扭矩和黏度之间的关系。在进入标定 1 界面后, 首先手动输入标物 0 的黏度值, 启动动态电机从而带动旋转桨头在硅油中以 20 r/min 的转速运行, 运行时间为 5 min 。为减小测量误差, 利用第 2、3、4 min 时测量扭矩的均值作为标物 0 的扭矩。以此类推, 可以得到其余 5 种硅油的扭矩。利用最小二乘法对所测 6 组黏度-扭矩数据进行线性拟合, 通过拟合出的曲线可以将黏度转换为扭矩, 实现对黏度的间接测量。

按照炉腔温度变化, 工作过程分为 4 个阶段: 第一阶段是从室温到第一次升温温度, 该阶段将煤灰加热至熔融状态, 便于将旋转桨头放入坩埚; 第二阶段是从第一次升温温度到第一次冷却温度, 该阶段测量不同温度下的煤灰黏度; 第三阶段是从第一次冷却温度到第二次升温温度, 该阶段再一次将煤灰加热至熔融状态, 便于旋转桨头移出坩埚; 第四阶段是从第二次升温温度到 100°C , 该阶段设备冷却。其中, 第一、三阶段为升温过程, 第二、四阶段为降温

过程。

通过人机交互界面可以设置炉温的降幅 ($20\sim 50^\circ\text{C}$) 以及各节点温度。随着温度的升高, 电加热体硅钼棒的电阻率非线性升高, 1700°C 时的电阻率约为室温时的 16 倍, 因此将加热过程设置为 17 个温度段, 在不同的温度段内采取相应的加热电流, 以满足国标中对于不同温度段加热速度的要求。为了保护含钼材料相关元件并保证操作安全, 升温至 200°C 自动打开氮气电磁阀, 升温至 600°C 自动打开氢气电磁阀, 降温至 800°C 自动关闭氢气电磁阀, 降温至 400°C 自动关闭氮气电磁阀, 由于氢气为易燃易爆气体, 对氢气和氮气的控制务必严格采取上述顺序。在第二阶段测量某一点的煤灰黏度时, 首先在该温度下恒温 $10\sim 15 \text{ min}$, 待扭矩值稳定后开始测定, 在 5 min 内至少读取 3 次温度和扭矩值, 取平均值作为该点的温度和扭矩值, 保证了测量的准确度。恒温采用 PID 控制方式, 通过调整比例、微分、积分参数, 可以在 1700°C 时将温度控制在 $\pm 2^\circ\text{C}$, 优于国标中 $\pm 5^\circ\text{C}$ 的要求。水循环冷却系统中的制冷压缩机在水温低于 5°C 时停止运行、高于 10°C 时开启, 以此保证水温度控制在 $5\sim 10^\circ\text{C}$ 。这样既不会因为温度过高损坏扭矩传感器等元件, 也不会因为温度过低在水管外壁产生冷凝水珠。

为了实现上述功能, 基于 NB7W 上位机和 CP1E 下位机, 开发了一套自动控制及数据采集、处理软件。上位机测控软件主要包括手动控制、参数设定、准备、标定 1、标定 2、工作、温度曲线等模块。根据上位机实现的各种功能, 下位机 PLC 也划分了对应的模块。

4 试验

根据上述设计, 完成了试验样机的制作并进行数据比对实验。

4.1 同一设备重复样品数据比对结果

国家标准中规定的煤灰黏度测定结果的重复性限为: 当黏度范围 \geq 临界黏度时, 重复性限为 20%; 当黏度范围 $<$ 临界黏度时, 重复性限为 10%。下面对测得的实验样品的 2 组数据进行结果分析, 具体见表 1。

利用表 1 的数据可以绘制出样品 2 次测量均值的黏温曲线, 从中可以得出样品的临界黏度为 $27.4 \text{ Pa}\cdot\text{s}$ 。

从表 1 可以看出使用该全自动灰黏度测试仪测定 1# 煤样的精度优于 GB 31424《煤灰黏度测定方

法》规定的精度要求。

表 1 样品测试数据汇总

温度/ ℃	第一次 黏度测 定值/ (Pa·s)	第二次 黏度测 定值/ (Pa·s)	2 次黏 度平均 值/ (Pa·s)	2 次重 复测定 值差值/ (Pa·s)	国标对应 重复性限 (临界黏度 27.4)/(Pa·s)
1550	3.0	3.0	3.0	0	0.3
1520	4.1	4.6	4.3	-0.4	0.4
1490	7.8	8.6	8.2	-0.8	0.8
1470	12.1	12.4	12.4	-0.6	1.2
1450	16.4	16.4	16.4	0	1.6
1430	20.7	21.7	21.2	-1.0	2.1
1410	27.1	27.1	27.1	0	2.7
1390	32.5	30.6	31.6	1.9	6.3
1370	41.3	41.3	41.3	0	8.3
1350	55.5	54.7	55.1	0.8	11.0
1330	75.4	73.5	74.5	1.9	14.9
1310	101.2	89.6	95.4	11.6	19.1

4.2 不同设备对比样品数据对比结果

将本设备测出的 1# 样品结果与美国 THETA 公司生产的 RHEOTRONIC V 1 700℃ 旋转高温黏度计(真空+CO/CO₂ 保护气体)测出的 1# 样品结果相对比,检验本设备的测定准确性,具体数据对比结果如表 2 所示。

表 2 不同设备同一样品数据结果对比

温度/ ℃	第一次 黏度测 定值/ (Pa·s)	第二次 黏度测 定值/ (Pa·s)	2 次黏 度平均 值/ (Pa·s)	THETA 设备黏度 测定值/ (Pa·s)	相对 差值/ %
1430	20.7	21.7	21.2	23.4	10.0
1410	27.1	27.1	27.1	29.4	8.5
1390	32.5	30.6	31.6	37.3	18.2
1370	41.3	41.3	41.3	48.0	16.2
1350	55.5	54.7	55.1	62.5	13.4
1330	75.4	73.5	74.5	82.2	10.4
1310	101.2	89.6	95.4	109.2	14.5

结果可以看出,所有数据的相对差值均没有超过重复性限要求规定的 20%,说明本设备测试得出的结果的准确度可以达到标准要求。因为标准中没有规定再现性限,所以此处使用重复性限作为比较标准进行性能检定,一般来说再现性限比重复性限的范围更大,所以只要满足重复性限要求就肯定会满足再现性限要求。

5 结语

(1) 完成了高温炉加热元件改进,改变现有钨

加热丝存在的弊端。高温炉有足够长的恒温带,在 0~1 700℃ 连续可调节炉温,并在指定温度长时间稳定在±2℃ 内。样品周围的气氛性质(氧化-还原性)可以控制。黏度测量范围为 1~100 Pa·s(10~1 000 P)。

(2) 开发了一套自动控制及数据采集、处理软件,实现对炉膛温度、冷却水温度、煤灰黏度标定及测定等信号的采集,并根据采集的信号对加热系统、冷却系统、气路系统等自动控制,实现了控温、测试、数据采集与处理全自动化。技术性能指标满足 GB/T 31424—2015《煤灰黏度测定方法》要求,填补了国内空白。下一步可以通过实验数据为国家标准修订乃至国际标准制定做好技术准备。

(3) 整个实验装置的成本仅为国外设备的 1/3 左右,大幅降低了实验成本,为社会推广应用提供有利条件。

参考文献

- [1] 计彤. 华能北京热电厂液态排渣锅炉的安全与环保运行研究[D]. 北京: 华北电力大学, 2012.
- [2] 汪宝林. 煤气化化学与技术进展[J]. 洁净煤技术, 2014, 20(3): 69-74.
- [3] 王磊. 液态排渣气化炉用煤的认识[J]. 化学工程与装备, 2016, (5): 178-180.
- [4] DL/T 660—2007, 煤灰高温黏度特性试验方法[S]. 北京: 中国电力出版社, 2007.
- [5] GB/T 31424—2015, 煤灰黏度测定方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2015.
- [6] 史强, 张忠孝, 曹先常, 等. 高温煤焦油黏温特性的测定与分析[J]. 煤炭学报, 2014, 39(11): 2335-2339.
- [7] 吴艳. 高温高压下油煤浆黏度测定方法研究[J]. 煤炭科学技术, 2014, 42(S1): 278-280.
- [8] 宋文佳, 孙以敏, 吴勇强, 等. 中国神木煤灰渣在高温下的流变特性[J]. 化工学报, 2010, 61(2): 310-316.
- [9] 苏玉刚, 李玉刚, 胡涛, 等. 高温熔体粘度测试仪的温度控制技术[J]. 重庆大学学报: 自然科学版, 2007, 30(10): 310-316.
- [10] 兰晓军, 苏玉刚, 赵中星. 新型高温熔体黏度测量仪的研制[J]. 重庆工学院学报: 自然科学, 2009, 23(7): 310-316.
- [11] 刘霞, 梁钦锋, 刘海峰, 等. 煤灰黏温特性的测试条件[J]. 华东理工大学学报: 自然科学版, 2015, 41(1): 23-27.
- [12] 白进, 孔令学, 李怀柱, 等. 山西典型无烟煤灰流动性的调控[J]. 燃料化学学报, 2013, 41(7): 805-813.
- [13] 尚杰峰, 刘利民, 张熠泉. RSV-1600 型旋转高温黏度仪煤灰黏度检测方法优化研究[J]. 河南化工, 2014, 31(6): 54-56.
- [14] Kong L, Bai J, Li W, et al. Effects of operation parameters on slag viscosity in continuous viscosity test. Submitted to Energy & Fuel.
- [15] 袁海平, 梁钦锋, 刘海峰, 等. 煤灰在高温下的流变特性研究[J]. 燃料化学学报, 2012, 40(10): 1167-1171.
- [16] GB/T 10247—2008, 粘度测量方法[S]. 北京: 中国标准出版社, 2008. ■