



中华人民共和国国家标准

GB/T 37769—2019

煤灰熔融性测定仪性能验收导则

Guide for performance acceptance of determinator of coal ash fusibility

2019-06-04 发布

2020-01-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本标准起草单位:煤炭科学技术研究院有限公司检测分院。

本标准主要起草人:隋艳、傅皓、富坤、张连强。

煤灰熔融性测定仪性能验收导则

1 范围

本标准规定了煤灰熔融性测定仪(以下简称“测定仪”)的性能要求、验收方法和验收报告。
本标准适用于煤灰熔融性测定仪。

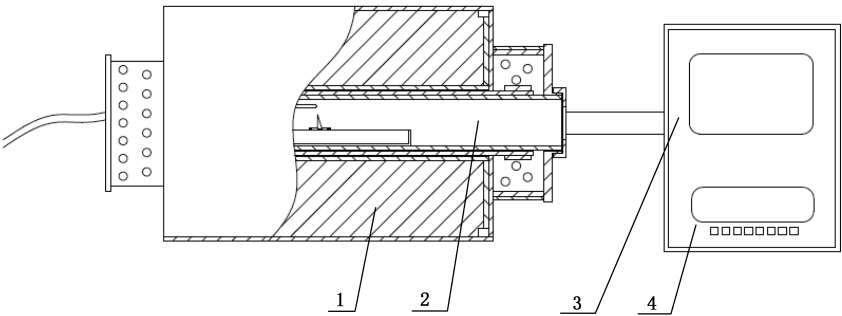
2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

- GB/T 219 煤灰熔融性的测定方法
- GB/T 18510 煤和焦炭试验可替代方法确认准则
- GB/T 30726 固体生物质燃料灰熔融性的测定方法

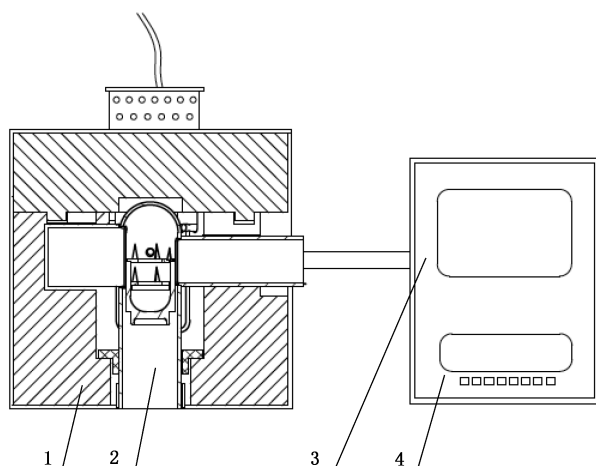
3 概述

煤灰熔融性测定仪包括人工监测试样形态变化并判定特征温度的测定仪、配有观测记录仪能够自动记录试样形态变化的测定仪、能够自动判断特征温度的测定仪等类型,性能应符合 GB/T 219 的有关规定。其工作原理为:将灰样制成一定尺寸的三角锥,在一定的介质中,以一定的升温速度加热,观察灰锥在受热过程中的形态变化,观测并记录它的四个特征熔融温度:变形温度(DT)、软化温度(ST)、半球温度(HT)和流动温度(FT)。图 1 和图 2 分别为一种卧式测定仪和一种立式测定仪的基本结构。



- 说明:
- 1——高温炉;
 - 2——加热炉膛;
 - 3——观测记录仪;
 - 4——控温仪。

图 1 卧式煤灰熔融性测定仪结构示意图



说明：

- 1——高温炉；
- 2——加热炉膛；
- 3——观测记录仪；
- 4——控温仪。

图 2 立式煤灰熔融性测定仪结构示意图

4 性能要求

4.1 外观与通电检查

- 4.1.1 测定仪应有下列标志：仪器名称、型号、制造日期、仪器编号和制造商名称。
- 4.1.2 测定仪外观不应有影响仪器正常工作的机械损伤。
- 4.1.3 测定仪的各紧固件和电缆接插件均应紧固，插接良好；各运动件运行平稳自如；各功能键应完好，工作正常。
- 4.1.4 测定仪的温度指示刻度或数字清晰完整。

4.2 高温炉

- 4.2.1 最高加热温度不低于 1 500 ℃。
- 4.2.2 有足够覆盖灰锥的恒温区(各部位温差小于 5 ℃)。
- 4.2.3 升温速度满足以下要求：
 - a) 对于煤炭样品，能按 GB/T 219 规定的程序加热：900 ℃ 以下，升温速度 15 ℃/min~20 ℃/min；900 ℃ 以上，升温速度 4 ℃/min~6 ℃/min；
 - b) 对于固体生物质燃料样品，能按 GB/T 30726 规定的程序加热：700 ℃ 以下，升温速度 15 ℃/min~20 ℃/min；700 ℃ 以上，升温速度 4 ℃/min~6 ℃/min。
- 4.2.4 炉内气氛可控制为弱还原性气氛或/和氧化性气氛。
- 4.2.5 有观察孔，能在试验过程中清晰观察试样形态变化。

4.3 控温仪

- 4.3.1 测温范围 0 ℃~1 500 ℃，分辨率 1 ℃。
- 4.3.2 测温误差不大于 5 ℃。

4.3.3 能按 4.2.3 规定控制升温速度。

4.4 流量控制(通气法时适用)

4.4.1 如用通气法产生弱还原性气氛,从 600 °C 开始通入氢气和二氧化碳或一氧化碳和二氧化碳混合气体。

4.4.2 配备气体流量控制装置,通气速度可调至流经灰锥的气体线速度不低于 400 mm/min。

4.5 观测记录仪(适用时)

4.5.1 能如实记录试验过程中温度变化及相应温度下的试样形态变化。

4.5.2 能回放带有实时温度显示的试验过程。

4.6 自动判断功能(适用时)

4.6.1 能够自动判断试样的 4 个特征温度,且自动判断结果应与人工判断结果一致。

4.6.2 测定仪应给出自动判断得到的 4 个特征温度点的试验过程截图,包括试样实时图像、温度、时间等信息。

4.7 精密度

4.7.1 单个样品多次测定法

在弱还原性气氛下,对 1 个有证标准物质或参考样品进行 n 次测定(通常为 7 次~15 次),各特征温度的仪器测量精密度与 GB/T 219 规定的方法精密度应无显著性差异。

注:参考样品可使用经过与有证标准物质的比对试验、按标准程序验证的样品,或权威机构提供的被证实有准确量值的样品。

4.7.2 多个样品 2 次测定法

在弱还原性气氛下,至少测定 3 个有证标准物质或参考样品,每个样品各特征温度 2 次重复测定值之差应符合表 1 的规定。

表 1 煤灰熔融性特征温度的重复性限

熔融特征温度	重复性限/°C
变形温度(DT)	60
软化温度(ST)	40
半球温度(HT)	40
流动温度(FT)	40

4.8 准确度

在弱还原性气氛下,至少测定 3 个有证标准物质或已有可靠结果的参考样品,每个样品各特征温度 2 次重复测定的平均值与有证标准物质的认定值或参考样品的参考值之差,应符合表 2 的规定。

表 2 煤灰熔融性测定仪的示值误差

项目	有证标准物质最大允许误差/℃	参考样品最大允许误差/℃
变形温度(DT)	—	—
软化温度(ST)	± 40	± 50
半球温度(HT)	± 40	± 50
流动温度(FT)	± 40	± 50

5 验收方法

5.1 验收用标准物质及其他设备

5.1.1 煤灰熔融性标准物质：国家计量行政部门批准的有证标准物质。

5.1.2 秒表：分辨率 1 s。

5.1.3 热电偶：标准铂铑-铂热电偶。

5.2 试验方法

5.2.1 外观与通电检查

开机前，采用目测和感官触摸的方式检查。开机后，按测定程序进行一次测定，检查或观察仪器的各项功能是否能正常运行和实现，应符合 4.1 的要求。

5.2.2 高温炉

5.2.2.1 最高加热温度：高温炉按升温程序升温，观察其显示能达到的最高温度，应符合 4.2.1 的要求。

5.2.2.2 恒温区：检查仪器附带的检定或检验合格证书，应符合 4.2.2 的要求。如具备条件，恒温区应实际测定。

注：如需(恒温区)测定，可参考 GB/T 31427 规定的方法。

5.2.2.3 升温速度：开启高温炉，当炉温达到 500 ℃时，每 10 min 记录一次炉温，连续记录 3 次~4 次后，计算 900 ℃前的升温速度；900 ℃开始，继续每 10 min 记录一次炉温，直至标称的最高炉温，计算 900 ℃后的升温速度，应符合 4.2.3 的要求；当炉温分别达到 1 000 ℃、1 200 ℃、1 400 ℃时，每分(min)记录一次炉温，连续记录 5 min，升温速度应符合 4.2.3 的要求。

5.2.2.4 气氛：根据 GB/T 219 的规定，用测定标准物质或取气分析的方法检查炉内弱还原性气氛，用测定标准物质的方法检查氧化性气氛，应符合 4.2.4 的要求。

5.2.2.5 观察孔：采用目测的方式从观察孔观察试样形态变化，应符合 4.2.5 的要求。

5.2.3 控温仪

5.2.3.1 控温范围：开启高温炉，目视检查能达到的最高温度和分辨率，同时检查仪器附带的热电偶检定或检验合格证书，应符合 4.3.1 的要求。

5.2.3.2 测温误差：用另一支标准热电偶插入炉膛，升温过程中观测并记录 1 000 ℃、1 100 ℃、1 200 ℃、1 300 ℃、1 400 ℃时的测温误差，应符合 4.3.2 的要求。

5.2.3.3 升温速度：按 5.2.2.3 的规定检查并符合要求。

5.2.4 流量控制(通气法时适用)

5.2.4.1 采用目测的方式检查,对于自动控制的测定仪,若为弱还原性气氛,应从 600 °C 开始通入气体,应符合 4.4.1 的要求。

5.2.4.2 根据测定仪炉膛尺寸和气体流量,计算气体线速度,应符合 4.4.2 的要求。

5.2.5 观测记录仪(适用时)

采用目测的方式检查,记录的试验过程应完整、试样形态变化清晰,且实时显示温度,应符合 4.5 的要求。

5.2.6 自动判断功能(适用时)

5.2.6.1 至少任选 7 个样品,每个样品进行 2 次重复测定,分别通过测定仪自动判断功能和人工判断得到 2 组结果,按式(1)计算统计量 t :

$$t = \frac{|\bar{d}|}{S_d} \times \sqrt{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:
 $\bar{d}$ ——2 种判断方法结果间的平均差值;
 S_d ——2 种判断方法结果之差的标准差;
 m ——样品个数。

按照 GB/T 18510 给出的方法,用统计量 t 检验 2 种判断方法的差异显著性,应符合 4.6.1 的要求。

5.2.6.2 采用目测的方式检查,4 个特征温度点的截图应符合 4.6.2 的要求。

5.2.7 精密度

5.2.7.1 单个样品多次测定法

选取 1 个煤灰熔融性标准物质或参考样品,按照 GB/T 219 规定的方法在弱还原性气氛下进行 n 次测定(通常为 7 次~15 次)。分别计算各特征温度的重复测定平均值 $\bar{x}$ 和标准差 S_{rep} ,比较仪器测量标准差 S_{rep} 和 GB/T 219 规定的重复测定标准差 $S_{r,GB}$,应符合 4.7.1 的要求。计算公式如下:

$$\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_1^n x_i \dots\dots\dots (2)$$

$$S_{rep} = \sqrt{\frac{\sum_1^n (x_i - \bar{x})^2}{n - 1}} \dots\dots\dots (3)$$

$$S_{r,GB} = \frac{r}{2\sqrt{2}} \dots\dots\dots (4)$$

式中:
 x_i ——仪器对标准物质的单次测量值;
 n ——重复测定次数;
 r ——国家标准中规定的重复性限。

若 $S_{rep} \leq S_{r,GB}$,则仪器测量精密度与 GB/T 219 规定的方法精密度无显著性差异。若 $S_{rep} > S_{r,GB}$,则按照 GB/T 18510 给出的方法进一步统计进行判断。

5.2.7.2 多个样品 2 次测定法

至少选取 3 个煤灰熔融性标准物质或参考样品,按照 GB/T 219 规定的方法在弱还原性气氛下分别对每个标准物质或参考样品进行 2 次重复测定。各特征温度重复测定结果之差应符合 4.7.2 的要求。

5.2.8 准确度

至少选取 3 个煤灰熔融性标准物质或已有可靠结果的参考样品,按照 GB/T 219 规定的方法在弱还原性气氛下分别对每个标准物质或参考样品进行 2 次重复测定,以 2 次重复测定结果的平均值作为该标准物质的各特征温度的仪器示值。按式(5)计算仪器示值与认定值或参考值之差,即为仪器的示值误差。将仪器示值误差与表 2 中的规定值比较,全部测定样品均应符合 4.8 的要求。

$$\Delta = T - T_r \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

Δ ——示值误差,单位为摄氏度(°C);

T ——煤灰熔融性标准物质或参考样品的仪器示值,单位为摄氏度(°C);

T_r ——煤灰熔融性标准物质或参考样品的认定值或参考值,单位为摄氏度(°C)。

6 验收报告

验收报告至少应包括以下信息:

- 仪器相关信息;
- 仪器结构和功能;
- 灰熔融性测定的精密度和准确度;
- 验收结论;
- 试验中观察到的现象描述;
- 试验日期;
- 试验人员、审核人员、批准人员签名。