



中华人民共和国国家标准

GB/T 220—2018
代替 GB/T 220—2001

煤对二氧化碳化学反应性的测定方法

Determination of carboxyreactivity of coal

2018-02-06 发布

2018-09-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言 I

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 方法提要 1

4 试剂和材料 1

5 仪器设备 1

6 样品 2

7 测定准备 2

8 测定步骤 3

9 结果表述 4

10 方法精密度..... 4

11 试验报告..... 4

附录 A（规范性附录） 二氧化碳流量调整 5

附录 B（资料性附录） 反应性曲线的绘制(示例) 6

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 220—2001《煤对二氧化碳化学反应性的测定方法》。

本标准与 GB/T 220—2001 相比,除编辑性修改外,主要技术变化如下:

- “方法提要”中增加了反应性曲线图的描述(见第 3 章);
- 修改了仪器设备的结构表述(见第 5 章,2001 年版第 5 章);
- 增加了奥氏气体分析器的吸收液和封闭液的配制要求(见 5.3);
- 增加了“样品”一章(见第 6 章);
- 删除了绘制二氧化碳还原率与反应后气体中二氧化碳含量的关系曲线(2001 年版 8.1);
- 增加了“试验报告”一章(见第 11 章)。

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:杨妮、武增礼、王化阳、李燕燕。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 220—1963、GB/T 220—1977、GB/T 220—1989、GB/T 220—2001。

煤对二氧化碳化学反应性的测定方法

1 范围

本标准规定了测定煤对二氧化碳化学反应性的方法提要、试剂和材料、仪器设备、样品、测定准备、测定步骤、结果表述、方法精密度和试验报告。

本标准适用于褐煤、烟煤、无烟煤和焦炭。

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 474 煤样的制备方法

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

3 方法提要

先将煤样干馏,除去挥发物(如试样为焦炭则不需要干馏处理)。然后将其筛分并选取一定粒度的焦渣装入反应管中加热。加热到一定温度后,以一定的流量通入二氧化碳与试样反应。测定加热过程中反应后气体中二氧化碳的含量,以被还原成一氧化碳的二氧化碳量占通入的二氧化碳量的体积分数,即二氧化碳还原率 $\alpha(\%)$,绘制温度——二氧化碳还原率的反应性曲线。

4 试剂和材料

4.1 氢氧化钠或氢氧化钾:化学纯。

4.2 硫酸:化学纯,相对密度 1.84。

4.3 无水氯化钙:化学纯。

4.4 二氧化碳:纯度 98%以上。

4.5 碎刚玉片或碎瓷片:粒度为 6 mm~10 mm。

5 仪器设备

5.1 反应性测定装置

5.1.1 反应炉:硅碳管竖式炉,最高加热温度 1 350 ℃,炉膛长约 600 mm,内径 28 mm~30 mm。

5.1.2 反应管:耐温 1 500 ℃的石英管或刚玉管,长 800 mm~1 000 mm,内径 20 mm~22 mm,外径 24 mm~26 mm。

5.1.3 温度控制器:能按规定程序加热,控温精度 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$,最高控制温度不低于 1 300 ℃。

5.2 供气系统

5.2.1 CO_2 气体流量计:量程 0 mL/min~700 mL/min(在气压低于 799.9 hPa 的地区应使用更大量程

的流量计)。

5.2.2 洗气瓶:内装硫酸。

5.2.3 干燥塔:内装无水氯化钙。

5.2.4 稳压贮气筒。

5.3 气体分析系统

奥氏气体分析器,测定范围 0%~100%,精度为 $\pm 2\%$ 。吸收液用氢氧化钠或氢氧化钾配成约 500 g/L 的溶液。封闭液用蒸馏水或 10%硫酸水溶液。其他满足上述测定范围和精度的在线二氧化碳气体分析仪如气相色谱仪、红外光谱仪等也可使用。

5.4 试样处理装置

5.4.1 管式干馏炉:有足够的容积,带有温控器,温度能控制在 $(900\pm 20)^{\circ}\text{C}$ 。

5.4.2 干馏管:耐温不低于 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 的瓷管或刚玉管,长 550 mm~660 mm,内径约 30 mm,外径 33 mm~35 mm。

5.5 热电偶

铂铑₁₀-铂热电偶和镍铬-镍硅热电偶各一支。

5.6 热电偶套管

长 500 mm~600 mm,内径 5 mm~6 mm,外径 7 mm~8 mm 的刚玉管两根。

5.7 圆孔筛

直径 200 mm,孔径 3 mm 和 6 mm,配有筛底和筛盖。

5.8 气压计

测量范围 799.9 hPa~1 066.6 hPa,精度 0.13 hPa,最小分度值 1.33 hPa,工作温度 -15°C ~ 45°C 。

6 样品

按 GB/T 474 规定制备出粒度为 3 mm~6 mm 的试样约 300 g。

7 测定准备

7.1 试样处理

7.1.1 用橡皮塞把热电偶套管固定在干馏管中,并使其顶端位于干馏管的中心。将干馏管直立,加入碎刚玉片或碎瓷片至热电偶套管顶端露出瓷片约 100 mm,然后加入试样至试样层的厚度达 200 mm,再用碎刚玉片或碎瓷片充填干馏管的其余部分。

7.1.2 将装好试样的干馏管放入管式干馏炉中,使试样部分位于恒温区内,将镍铬-镍硅热电偶插入热电偶套管。

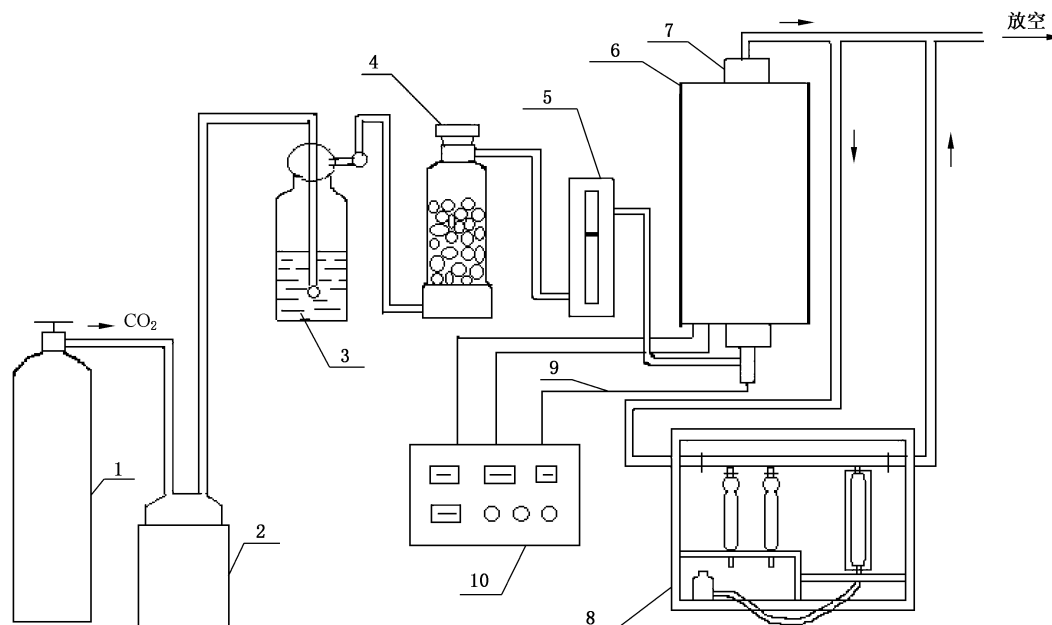
7.1.3 接通管式干馏炉电源,以 $15^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ~ $20^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 速度升温到 900°C ,在 $(900\pm 20)^{\circ}\text{C}$ 下恒温 1 h 后,关闭电源,放置冷却到室温,取出试样,用 6 mm 和 3 mm 的圆孔筛叠加在一起筛分试样,留取粒度为 3 mm~6 mm 的试样用于测定。粘结性煤处理后粒度大于 6 mm 的焦块应破碎使之全部通过

6 mm 筛。

7.1.4 煤样也可用 100 cm³ 带盖坩埚在马弗炉内按 7.1.3 处理。

7.2 反应性测定装置安装

7.2.1 按图 1 连接各部件。



说明：

- | | |
|-----------------------------|------------------------------|
| 1 —— 二氧化碳钢瓶； | 6 —— 反应炉； |
| 2 —— 稳压贮气筒； | 7 —— 反应管； |
| 3 —— 洗气瓶； | 8 —— 奥氏气体分析器； |
| 4 —— 干燥塔； | 9 —— 铂铑 ₁₀ -铂热电偶； |
| 5 —— CO ₂ 气体流量计； | 10 —— 温度控制器。 |

图 1 反应性测定装置图

7.2.2 用橡皮塞将热电偶套管固定在反应管中,使套管顶端位于反应管相对于反应炉恒温区中心位置。将反应管直立,加入碎刚玉片或碎瓷片至热电偶顶端露出碎刚玉片或碎瓷片约 50 mm。

8 测定步骤

8.1 将干馏后粒度为 3 mm~6 mm 的试样加入反应管,试样层高度为 100 mm,并使热电偶套管顶端位于试样层中心部位,再用碎刚玉片或碎瓷片充填反应管的其余部分。

8.2 将装好试样的反应管插入反应炉内,用带有导出管的橡皮塞塞紧反应管上端,将铂铑₁₀-铂热电偶插入到热电偶套管至其热接点接触到热电偶套管的顶部。

8.3 通入二氧化碳,检查整个反应性测定装置的气密性,不漏气后继续通入二氧化碳 2 min~3 min,停止通入二氧化碳。

8.4 打开电源,以 20 °C/min~25 °C/min 速度升温,30 min 左右将炉温升到 750 °C(褐煤)或 800 °C(烟煤、无烟煤和焦炭),在此温度下保持 5 min。观察气压计,记录气压值。当气压值在(1 013.3±13.3)hPa、室温在 12 °C~28 °C 时,以 500 mL/min 的流量通入二氧化碳;如气压值和室温偏离上述范围,按附录 A

进行气体流量调整。

注：(1 013.3±13.3)hPa 相当于(760±10)mmHg。

8.5 如使用奥氏气体分析器，通气 2.5 min 时，在 1 min 内抽气清洗系统并取气，停止通入二氧化碳，分析气样中的二氧化碳体积分数。若使用在线二氧化碳气体分析仪，应在通二氧化碳 3 min 时记录仪器所显示的二氧化碳体积分数。

8.6 在使用奥氏气体分析器进行气样分析的同时，或使用在线二氧化碳气体分析仪读取二氧化碳体积分数后，继续以 20 °C/min~25 °C/min 的速度升温。每升高 50 °C 按 8.4 和 8.5 保温、通气并取气分析每个温度下反应后气体中的二氧化碳体积分数，直至温度达到 1 100 °C 时为止。

注：特殊需要时，可测定到 1 300 °C。

9 结果表述

9.1 按式(1)计算各个温度下的二氧化碳还原率 α (%)。

$$\alpha = \frac{100 \times (100 - y - x)}{(100 - y) \times (100 + x)} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

α ——二氧化碳还原率，以体积分数(%)表示；

y ——二氧化碳气体中杂质气体体积分数，%；

x ——反应后气体中二氧化碳体积分数，%。

9.2 每个试样做两次测定，按 GB/T 483 的规定，将反应后气体中二氧化碳的体积分数 x 修约到小数后一位，计算出各个温度下的二氧化碳还原率 α ，修约到小数后一位，将二氧化碳还原率填入如附录 B 所示的结果报告表中(见表 B.1)。

9.3 以温度为横坐标， α 值为纵坐标的图上标出两次测定的各试验结果点，按最小二乘法原理绘一条平滑的曲线为反应性曲线(参见图 B.1)。

9.4 将结果报告表和反应性曲线一并报出。

10 方法精密度

任一温度下两次测定的 α 值与反应性曲线上相应温度下 α 值的差值应不超过±3%。

11 试验报告

试验报告至少应包括以下信息：

- 试样编号；
- 依据标准；
- 试验结果；
- 与标准的任何偏离；
- 试验中出现的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)
二氧化碳流量调整

A.1 如果测定时气压与室温偏离(1 013.3±13.3)hPa 和 12℃~28℃,则二氧化碳流量应按式(A.1)进行调整:

$$V = 500 \times \frac{1\,013.3}{p} \times \frac{273+t}{273+20} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

V ——需通入的二氧化碳流量,单位为毫升每分(mL/min);

p ——大气压力,单位为百帕(hPa);

t ——室温,单位为摄氏度(℃)。

A.2 如果计算值在(500±20)mL/min 范围内,仍可按 500 mL/min 的流量通入二氧化碳。

附 录 B
(资料性附录)
反应性曲线的绘制(示例)

B.1 结果报告表

不同温度下煤对二氧化碳还原率计算结果见表 B.1。

表 B.1 煤样在不同温度下的二氧化碳还原率

温度/℃	800	850	900	950	1 000	1 050	1 100
$\alpha/\%$	3.5	11.0	23.0	37.3	54.3	69.5	79.9
	4.9	12.8	25.9	40.0	57.0	74.2	82.4

B.2 反应性曲线

二氧化碳还原率随温度变化的反应性曲线见图 B.1。

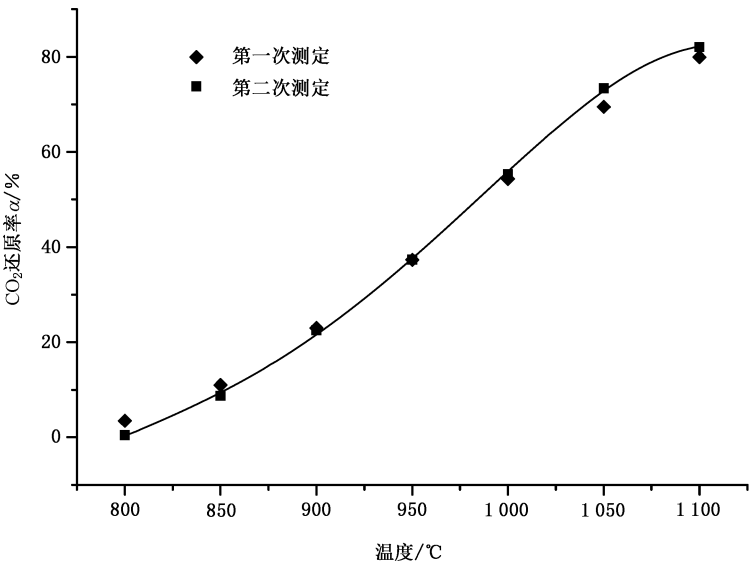


图 B.1 反应性曲线