

中华人民共和国国家标准

GB/T 33304—2016

煤炭燃烧特性试验方法 热重分析法

Testing method of combustion characteristics of coal—Thermogravimetric analysis

2016-12-13 发布

2017-07-01 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

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:煤炭科学研究总院北京煤化工研究分院、西安热工研究院有限公司、贝恩讯谱光电科技(北京)有限公司。

本标准主要起草人:朱川、王志超、张飒、杨晓毓、屠竞毅、刘博、丁华、鄂明。

煤炭燃烧特性试验方法 热重分析法

1 范围

本标准规定了热重分析法测定煤炭燃烧特性的术语和定义、方法提要、试剂、仪器设备、试验步骤、结果表述及精密度等。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

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 474 煤样的制备方法

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

GB/T 6425—2008 热分析术语

GB/T 27762 热重分析仪质量示值校准的试验方法

GB/T 29189 碳纳米管氧化温度及灰分热重分析法

3 术语和定义

GB/T 6425—2008 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。为了便于使用,以下重复列出某些术语和定义。

3.1

热重分析 thermogravimetric analysis

在程序控温和一定气氛下,测量试样质量(或质量分数)与温度(或时间)关系的一类技术。

[GB/T 6425—2008,定义 3.2.1]

3.2

热重曲线 thermogravimetric curve

TG 曲线 TG curve

由热重法测得的数据以质量(或质量分数)随温度或时间变化的形式表示的曲线。曲线纵坐标为质量 m (或质量分数),向上表示质量增加,向下表示质量减少;横坐标为温度 T 或时间 t ,自左向右表示温度升高或时间增长。

[GB/T 6425—2008,定义 3.2.5]

3.3

微商热重曲线 derivative thermogravimetric curve

DTG 曲线 DTG curve

由热天平测得的数据,以质量变化速率与温度(扫描型)或时间(恒温型)的关系图示。当试样质量增加时,DTG 曲线峰向上;质量减少时,峰向下。

[GB/T 6425—2008,定义 3.2.6]

3.4

升温速率 heating rate

相应于温度程序的温度升高速率。

[GB/T 6425—2008, 定义 3.4.12.1]

3.5

基线 base line

无试样存在时产生的信号测量轨迹;当有试样存在时,系指试样无(相)转变或反应发生时,热分析曲线近似为零的区段。

[GB/T 6425—2008, 定义 3.5.3.1]

4 方法提要

将试验煤样按要求放置于热重分析仪内,在规定条件下升温使煤样完全燃烧,记录热重曲线和微商热重曲线(TG-DTG 曲线)。根据 TG-DTG 曲线得出着火温度(T_i)、燃尽温度(T_f)、最大燃烧速率(v_p)、最大燃烧速率温度(T_p)和平均燃烧速率($\bar{v}$)。

5 试剂

5.1 氩气(或氮气):纯度 $>99.9\%$ 。

5.2 压缩空气(或合成空气):露点 $<-40\text{ }^{\circ}\text{C}$,固体颗粒粒径 $\leq 0.1\text{ }\mu\text{m}$,含油量 $\leq 0.01\text{ mg/m}^3$ 。

5.3 铟(In),纯度 $>99.99\%$,分析纯。

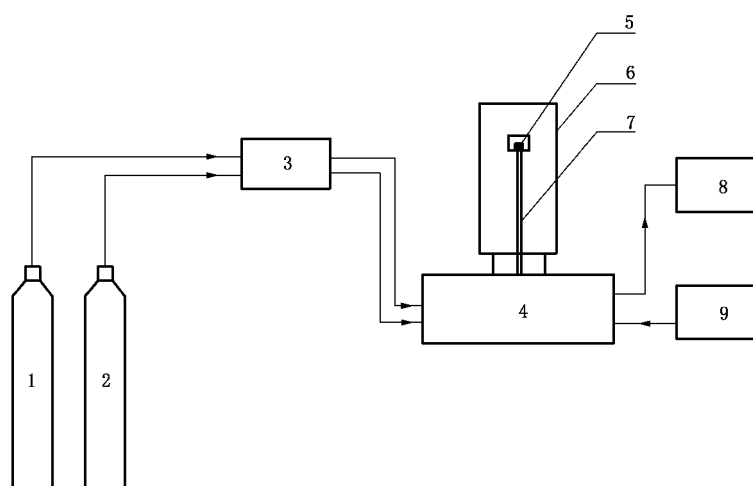
5.4 石英(SiO_2),纯度 $>99.95\%$,分析纯。

5.5 碳酸锶(SrCO_3),纯度 $>99.95\%$,分析纯。

6 仪器设备

6.1 热重分析仪

热重分析仪主要由加热炉、温度控制器、热天平、记录仪等部件组成,如图 1 所示。加热炉的升温范围为室温 $\sim 1\,200\text{ }^{\circ}\text{C}$,试验温度范围内,升温速率可稳定控制在 $20\text{ }^{\circ}\text{C/min}$,误差为 $\pm 0.1\text{ }^{\circ}\text{C/min}$;热天平感量 0.01 mg 。



说明:

1——压缩空气(或合成空气);
2——氩气(或氮气);
3——配气装置;
4——热天平;
5——载样台;

6——加热炉;
7——温度传感器;
8——记录仪;
9——温度控制器。

图 1 热重分析仪组成示意图

6.2 坩埚

坩埚直径范围 6 mm~10 mm,要求材质耐腐蚀、耐高温(大于 1 200 ℃),且不与煤样发生反应。

7 试验步骤

7.1 试样制备

按 GB 474 将煤样制成粒度小于 0.2 mm 的一般分析煤样,装在带磨口瓶塞的玻璃瓶中,置于阴凉处,试验应在制备后 3 d 内完成。

7.2 试验准备

7.2.1 仪器预热。试验前依次打开主电源、热重分析仪、计算机,预热 30 min。

7.2.2 热重分析仪质量校准和温度标定。热重分析仪质量校准按 GB/T 27762 执行;温度标定按 GB/T 29189 执行。

7.2.3 基线试验。将未装样品的坩埚放在热电偶端点处的载样台,盖上加热炉体。升温程序从 30 ℃ 的初始温度以 20 ℃/min 的速率升温至 1 000 ℃,进气流量为氩气(或氮气)10 mL/min,空气 50 mL/min。启动程序开始试验,待试验结束后命名并保存基线。

7.2.4 基线试验至少进行两次,重复测量质量信号相差不大于±0.05 mg。

7.3 燃烧试验

7.3.1 调取 7.2.4 的基线,称取试样(10±1)mg,称准至 0.02 mg,平摊于坩埚中。把装有样品的坩埚放置在载样台。打开气路,进气流量为氩气(或氮气)10 mL/min,空气 50 mL/min。设定升温程序,使加热炉从 30 ℃ 的初始温度以 20 ℃/min 的速率升温至 1 000 ℃,记录燃烧 TG-DTG 曲线。

7.3.2 燃烧试验至少进行两次。

7.3.3 试验结束后,待仪器降温至室温,关闭热重分析仪。

8 试验结果

8.1 特征指标

以着火温度、燃尽温度、平均燃烧速率、最大燃烧速率、最大燃烧速率温度等作为燃烧特性特征指标。

8.2 特征指标确定方法

根据煤样在热重分析仪中进行燃烧特性试验所记录的热重曲线和微商热重曲线(TG-DTG 曲线,见图 2),确定着火温度 T_i 、燃尽温度 T_f 、最大燃烧速率 v_p 和最大燃烧速率温度 T_p ,并计算平均燃烧速率 $\bar{v}$ 。以上 5 项特征指标按下列方法确定和表述:

- a) 着火温度:过图 2 中 DTG 曲线峰值点 p 作垂线与 TG 曲线交于 A 点,过 A 点作 TG 曲线的切线 L_2 ,该切线与 TG 曲线上挥发分开始失重时水平线 L_1 的交点 i , i 点所对应的横坐标值即为着火温度,符号记为 T_i ;
- b) 燃尽温度:图 2 中切线 L_2 与 TG 曲线重量损失结束时的水平线 L_3 的交点 f , f 所对应的横坐标值即为燃尽温度,符号记为 T_f ;
- c) 最大燃烧速率:图 2 中 P 点所对应的 DTG 曲线上的纵坐标值即为最大燃烧速率,符号记为 v_p 或 $(dw/dt)_{\max}$;
- d) 最大燃烧速率温度:图 2 中 P 点所对应的 DTG 曲线上的横坐标值即为最大燃烧速率温度,符号记为 T_p ;
- e) 平均燃烧速率:其计算公式见式(1):

$$\bar{v} = \beta \times \frac{\alpha_i - \alpha_f}{T_f - T_i}$$

.....(1)

式中:
 $\bar{v}$ ——平均燃烧速率, %/min;
 β ——升温速率, °C/min,本标准确定为 20°C/min;
 α_i ——着火温度点对应的剩余样品百分数, %;
 α_f ——燃尽温度点对应的剩余样品百分数, %。
 T_i ——着火温度, °C;
 T_f ——燃尽温度, °C;

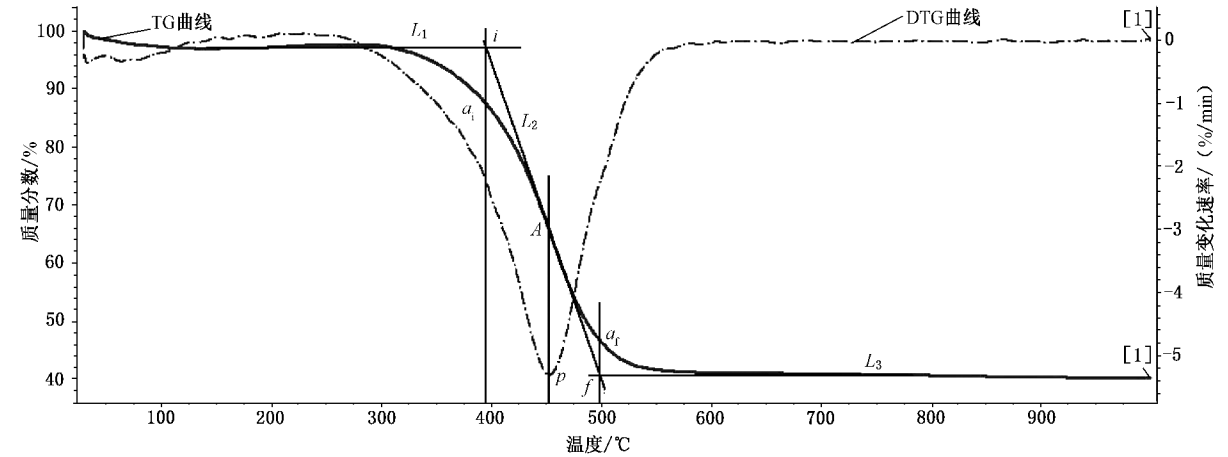


图 2 煤炭燃烧 TG-DTG 曲线

8.3 结果表述

每个试样进行两次重复性试验,并按 GB/T 483 规定的数字修约规则,将 3 个特征温度的测定值修约到整数报出,2 个燃烧速率的测定值修约到小数点后一位报出。

9 方法精密度

热重分析法测定煤炭燃烧特性的重复性限和再现性临界差如表 1 规定。

表 1 热重分析法测定煤炭燃烧特性的精密度

指标			重复性限	再现性临界差
名称	符号	单位		
着火温度	T_i	℃	5	10
燃尽温度	T_f	℃	5	10
最大燃烧速率	V_p	%/min	0.5	1.0
最大燃烧速率温度	T_p	℃	5	10
平均燃烧速率	$\bar{v}$	%/min	0.5	1.0

10 试验报告

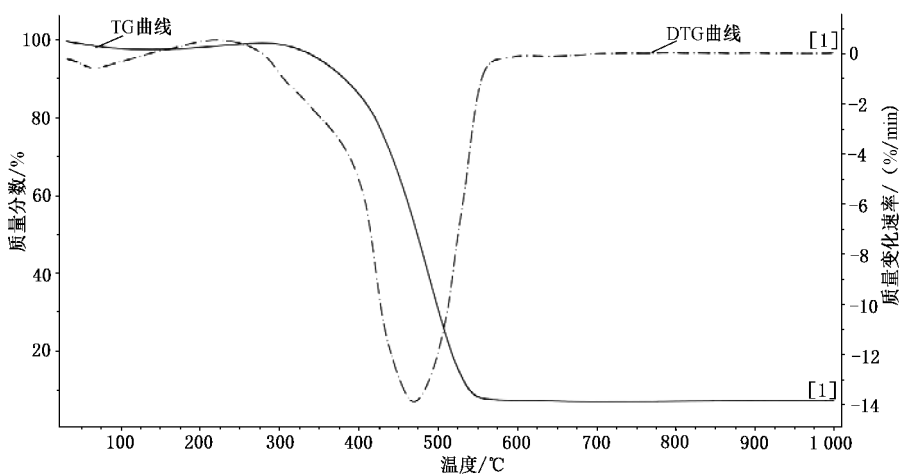
煤炭燃烧特性试验(热重分析法)报告的内容和形式示例参考附录 A。

附 录 A
(资料性附录)

煤炭燃烧特性试验(热重分析法)试验报告示例

煤炭燃烧特性试验(热重分析法)试验报告见表 A.1。

表 A.1 煤炭燃烧特性试验(热重分析法)试验报告

送样日期		××××—××—××			
报告日期		××××—××—××			
委托单位					
检测单位					
依据标准		GB/T ×××××			
检测仪器型号				坩埚类型	
样品名称 或编号	煤炭燃烧特性特征指标				
	着火温度 $T_i/^\circ\text{C}$	燃尽温度 $T_f/^\circ\text{C}$	最大燃烧速率 $v_p/(\%/ \text{min})$	最大燃烧速率温度 $T_p/^\circ\text{C}$	平均燃烧速率 $\bar{v}/(\%/ \text{min})$
煤炭燃烧 TG-DTG 曲线图：					
					

试验：

审核：

批准：