

中华人民共和国国家标准

GB/T 31424—2015

煤灰黏度测定方法

Determination of coal ash viscosity

2015-05-15 发布

2015-07-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
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:煤炭科学研究总院检测研究分院、中国科学院山西煤炭化学研究所。

本标准主要起草人:武增礼、白进、陈宝华、王秋湘、孔令学、李文。

煤灰黏度测定方法

1 范围

本标准规定了用钢丝扭矩式黏度计测定煤灰动力黏度的术语和定义、方法提要、试剂和材料、仪器设备、样品制备、试验准备、测定步骤、结果表述、方法精密度和试验报告等。

本标准适用于煤灰和炉渣。

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 212 煤的工业分析方法

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 1598 铂铑 10-铂热电偶丝、铂铑 13-铂热电偶丝、铂铑 30-铂铑 6 热电偶丝

3 术语和定义

GB/T 483 中界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

灰黏度 ash viscosity

煤灰在熔融状态下对流动阻力的量度。

[GB/T 483—2007,定义 3.3.33]

3.2

动力黏度 dynamic viscosity

面积各为 1 m^2 并相距 1 m 的两层流体,以 1 m/s 的速度作相对运动时所产生的内摩擦力。

3.3

临界黏度 critical viscosity

煤灰的黏度-温度曲线中两条切线的交点对应的温度为临界黏度温度,该温度下的黏度值为临界黏度。

4 方法提要

将煤灰制成适当尺寸的小球,逐个放入已在高温炉内加热到一定温度的坩埚中熔融,将钢丝扭矩式黏度计的测杆插入熔体中并使之以一定速度旋转。采用降温测定方法,从最高温度开始,每隔 $20\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 50\text{ }^{\circ}\text{C}$ 测定一个温度点的钢丝扭转角,直至黏度大于 50 (或 100) $\text{Pa}\cdot\text{s}$ 。从黏度-扭转角曲线上查出各温度点的黏度,以温度为横坐标,黏度为纵坐标,绘制温度-黏度曲线。

5 试剂和材料

5.1 黏度标准物质

5.1.1 硅油:黏度值已知(约为 $1\text{ Pa}\cdot\text{s}$ 、 $5\text{ Pa}\cdot\text{s}$ 、 $10\text{ Pa}\cdot\text{s}$ 、 $25\text{ Pa}\cdot\text{s}$ 、 $50\text{ Pa}\cdot\text{s}$ 和 $100\text{ Pa}\cdot\text{s}$)的有证标

准物质,用于常温下标定黏度计。

5.1.2 硼酐:黏度-温度关系已知的有证标准物质,用于高温下标定黏度计。如不能得到硼酐黏度-温度关系已知的有证标准物质,可按 8.3 所述方法,用已经在常温下用硅油标准物质标定过的钢丝扭矩式黏度计,测定硼酐在不同温度下的标定黏度值。

5.2 氢气

纯度不小于 99.5%。

5.3 氮气

纯度不小于 95%。

5.4 糊精溶液

100 g/L,称取 10 g 糊精(化学纯)溶于 100 mL 蒸馏水中。

6 仪器设备

6.1 钢丝扭矩式黏度计

用于煤灰黏度测定的钢丝扭矩式黏度计由供气系统、高温炉、测量系统组成,图 1 为一种典型的钢丝扭矩式黏度计,其黏度测量范围 $1 \text{ Pa} \cdot \text{s} \sim 100 \text{ Pa} \cdot \text{s}$,最高工作温度为 1700°C 。

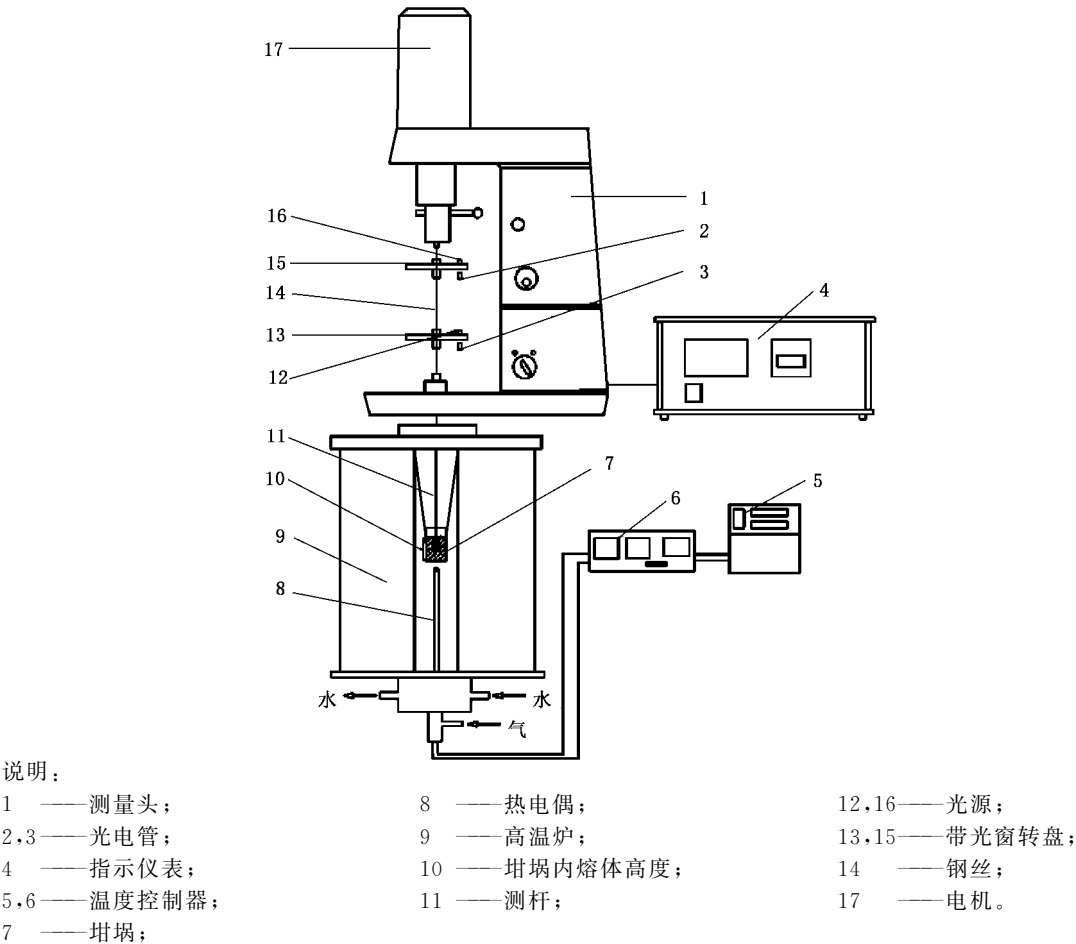


图 1 钢丝扭矩式黏度计

6.2 供气系统

由氢气钢瓶、氮气钢瓶、减压阀、压力表和浮子流量计组成。

6.3 高温炉

6.3.1 高温炉:最高加热温度可达 1 700 ℃,恒温区(各部位温差小于 2 ℃)高度不少于 40 mm,温度在 600 ℃~1 700 ℃连续可调,控温精度 ± 5 ℃。

6.3.2 热电偶:由铂铑 30-铂铑 6(或型号符合 GB/T 1598 规定的其他热偶丝)组成,测量范围为 300 ℃~1 700 ℃,热偶丝直径为 0.5 mm,加气密刚玉保护管使用。

6.3.3 刚玉套管:能耐 1 700 ℃以上高温(见图 2)。

单位为毫米

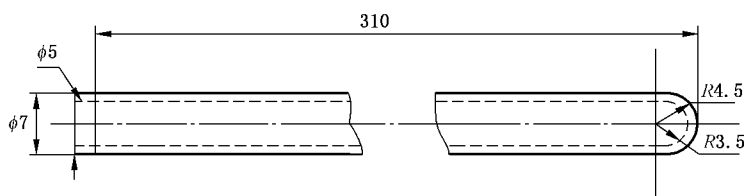


图 2 刚玉套管

6.4 测量系统

6.4.1 测量系统:主要包括电动机、钢丝、测杆和上、下转盘。

6.4.2 弹性钢丝:直径 0.25 mm~0.30 mm。

6.4.3 测杆(见图 3):钼制品或其他耐高温材料(刚玉、铂铑),直径 4 mm,长 320 mm,一端带直径 10 mm,长 10 mm 的圆柱体。测杆的垂直度为 0.03 : 100;测杆头尺寸的偏差为 0.1 mm;表面粗糙度为 3.2 μm 。测杆使用前应检查。

单位为毫米

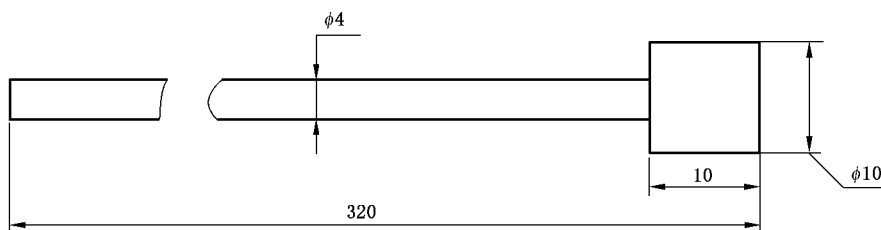


图 3 测杆

6.4.4 毫秒计:量程 0 ms~10 000 ms,分度值 1 ms,用于测定钢丝扭转角。

6.4.5 钼(铂)丝:直径为 1.5 mm、1.0 mm、0.8 mm。

6.4.6 坩埚(见图 4):刚玉或其他耐高温材料(钼、铂铑),内径 33 mm,外径 37 mm,高 50 mm,耐火温度 1 900 ℃ 以上。

单位为毫米

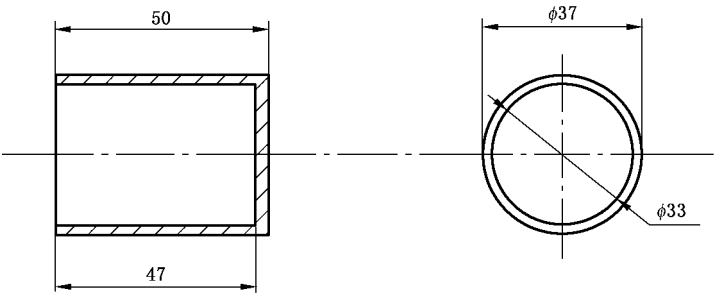


图 4 坩埚

7 样品制备

将按 GB 474 制备的煤样,按 GB/T 212 灰化,每个煤灰样至少 100 g。将烧成的灰分成两份,一份备用;另一份用糊精溶液润湿后制成直径约为 10 mm 的灰球,晾干或低温烘干后,待用。

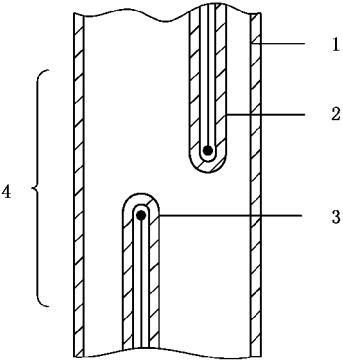
注:也可预先用高温马弗炉将煤灰熔融,冷却后待用。

8 试验准备

8.1 恒温区的确定

8.1.1 高温炉首次使用时,加热元件更换和炉子使用较长时间后都应确定恒温区。

8.1.2 在炉内底部固定一支热电偶,热端位于炉膛中部(见图 5)。将该热电偶热端设为测量的基准端,以控制炉子升温。从炉顶部置入一支可移动的热电偶,并将其热端与固定热电偶热端置于同一水平位置。炉温升至 1 700 ℃,恒温 5 min~10 min 后,分别读出移动热电偶和固定热电偶的测量值(两点的温度值应相等)。



说明:

- 1——炉管;
- 2——移动热电偶;
- 3——固定热电偶;
- 4——恒温区。

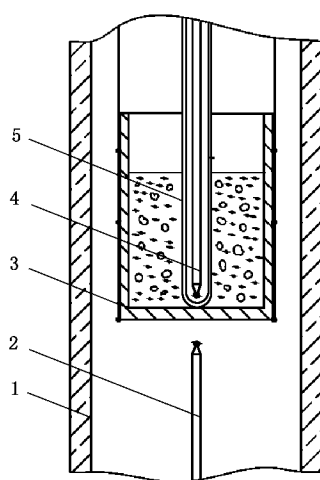
图 5 恒温区确定

8.1.3 将移动热电偶向上移动 10 mm(要控制好固定热电偶温度值使其保持恒温状态),恒温 5 min~

10 min, 读取并记录该点的温度值。然后, 将移动热电偶继续向上移动 10 mm, 记录该点的温度值。依次逐点类推, 直至温度开始下降。将移动热电偶热端重新置于与固定热电偶的同一水平位置, 开始向下移动 10 mm, 记下该点温度值。继续向下移动 10 mm, 记录该点的温度值。依次逐点类推, 直至温度开始下降。根据上述结果, 确定出恒温区。

8.2 熔体温度的校正

将一支测定用热电偶(外热电偶)由炉底置入炉内距离坩埚底部 2 mm~3 mm(见图 6)。在坩埚内装入熔体, 其数量与测定时所需相同。将另一支热电偶(内热电偶)放入坩埚内, 按测定时的升温速度将炉温升至最高温度 1 700 °C, 并恒温 2 min~3 min。测出外热电偶及内热电偶的温度后, 降温(与测定时降温速度相同), 每降 50 °C 恒温测量一个点, 至 1 000 °C 后完毕。绘出外热电偶与内热电偶温度校正曲线, 以此为温度测量时的修正依据。



说明:

- 1——钼丝加热管;
- 2——外热电偶;
- 3——坩埚;
- 4——内热电偶;
- 5——刚玉热电偶套管。

图 6 熔体温度校正

8.3 黏度计标定

8.3.1 常温标定法

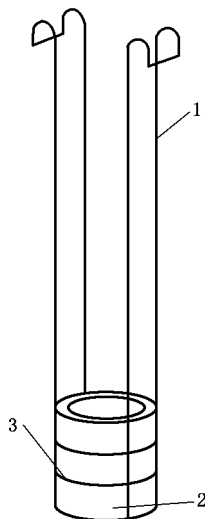
用黏度值约为 1 Pa·s、5 Pa·s、10 Pa·s、25 Pa·s、50 Pa·s 和 100 Pa·s 的硅油标准物质(5.1.1)为测定介质, 在 19 °C~21 °C 下, 用钢丝扭矩式黏度计测定相应的扭转角(或毫秒计读数)。以硅油黏度标准值为纵坐标, 扭转角为横坐标, 绘制黏度-扭转角(或毫秒计读数)曲线。

8.3.2 高温标定法

取破碎成 5 mm~15 mm 的小块硼酐(5.1.2)50 g 左右为测定介质, 在黏度为 1 Pa·s~100 Pa·s 的相应温度范围内, 从 1 200 °C 开始, 每降温 50 °C 测定一个黏度值, 直至 700 °C。用钢丝扭矩式黏度计测定不同温度下的扭转角(或毫秒计读数)。以硼酐黏度测定值为纵坐标, 扭转角(或毫秒计读数)为横坐标, 绘制黏度-扭转角(或毫秒计读数)曲线。

8.4 坩埚捆绑

用直径为 1.5 mm 的钼丝作坩埚架(长度视炉口到炉内恒温区的距离而定),然后用直径为 1.0 mm (或 0.8 mm)的钼丝绑扎于坩埚架上(见图 7)。



说明:

1——直径为 1.5 mm 的钼丝;

2——坩埚;

3——直径为 1.0 mm(或 0.8 mm)的钼丝。

图 7 坩埚捆绑

9 测定步骤

9.1 将一捆绑好的坩埚稳定地吊在炉膛中,坩埚应位于炉膛恒温区,其底部距热电偶 2 mm~3 mm。转动黏度计悬臂,使测杆对准高温炉炉口中央。开动黏度计,观察测杆是否同心旋转,如有明显摆动,应更换测杆或将其调直,并调节测量系统各接头,使电动机轴、弹性钢丝和测杆在同一轴线上。慢慢降下黏度计悬臂,至测杆刚好触及坩埚底部,记下高度标尺读数 H_1 (mm),然后提起测杆。将测杆插入带水的坩埚中,开动黏度计,测定并记录零点读数。

9.2 接通电源,温度低于 1 200 °C 时,升温速度为 10 °C/min~15 °C/min,温度为 1 200 °C~1 500 °C 时,升温速度为 5 °C/min~7 °C/min;温度为 1 500 °C~1 700 °C,升温速度为 3 °C/min~5 °C/min。

9.3 当炉温升至 600 °C 时,打开氮气钢瓶开关,氮气流量为 500 mL/min,往冷却水套中通入冷水。当炉温升至 1 500 °C 或以上时,打开氢气钢瓶开关,并调节氮气和氢气的流量,使氢气在混合气体中占 20% (体积分数),混合气体总流量为 1 000 mL/min。然后将灰球逐个投入坩埚中熔融(或投入已熔融好的晶体),直到熔体高度达到 25 mm~30 mm 为止。熔融过程中应防止熔体起泡溢出。全部灰球熔完后,保温 10 min 以上,待熔体中气泡完全消失后,用一根直径 1.5 mm 的钼丝插入熔体至坩埚底,然后立即抽出,于冷水中急冷,由钼丝上的熔体痕迹量出熔体高度 H_D (mm)。将测杆小心放入炉内坩埚中央,并调节它的高度使其插入熔体 15 mm,即黏度计高度标尺读数 H_2 满足式(1)的要求:

$$H_2 = H_1 + H_D - H_0 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

H_2 ——测杆插入熔体 15 mm 时,黏度计高度标尺读数,单位为毫米(mm);

H_1 ——测杆触及坩埚底部时,黏度计高度标尺读数,单位为毫米(mm);

H_D ——坩埚内熔体高度,单位为毫米(mm);

H_0 ——测杆插入坩埚内熔体的高度,等于 15,单位为毫米(mm)。

9.4 开动黏度计进行降温测定,根据黏度变化情况每隔 20 ℃~50 ℃测定一点。每点测定时应先恒温 10 min~15 min,待温度和扭转角(或毫秒计读数)都稳定后开始测定,在 5 min 内至少读取 3 次温度和扭转角(或毫秒数),取其平均值为该点温度和扭转角(或毫秒数)值。当黏度大于 50 Pa·s(或 100 Pa·s)时停止试验,并迅速将测杆提升至炉外,浸入冷水中冷却。炉温降至 1 000 ℃以下时,断电、停止通氢气,温度降至 400 ℃以下时,停止通氮气。

10 结果表述

10.1 根据各测定点的扭转角减去零点扭转角(或毫秒计读数减去零点毫秒计读数)从黏度计标定曲线上查出相应的黏度值。

10.2 记录和报告各温度测点下的黏度值;并以温度为横坐标、黏度值为纵坐标,绘制或者利用数学方法拟合被测煤灰的黏度-温度曲线,绘制曲线的两条切线,切线的交点(图 8 中 o 点)所对应的温度为临界黏度温度,查出临界黏度,最后将黏度-温度曲线、临界黏度和临界黏度温度同时报出。

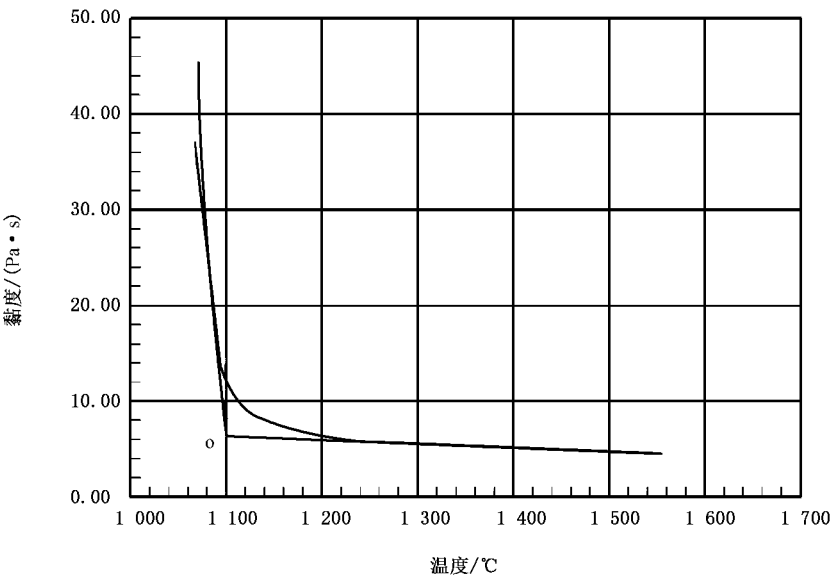


图 8 煤灰黏度-温度曲线

11 方法精密度

煤灰黏度测定方法的精密度如表 1 规定。

表 1 煤灰黏度测定结果的重复性限

黏度范围	重复性限(相对)
≥临界黏度	20%
<临界黏度	10%

12 试验报告

试验报告中至少包含以下信息：

- 样品标识；
 - 依据标准；
 - 试验中的异常现象；
 - 与标准的任何偏离；
 - 试验气氛性质及控制方法；
 - 煤灰的临界黏度和黏度-温度曲线。
-