

中华人民共和国国家标准

GB/T 31097—2014

燃煤助燃剂助燃效果评价方法

Performance evaluation of coal combustion-aid additives for coal

2014-12-22 发布

2015-06-01 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、煤炭工业节能技术服务中心。

本标准主要起草人：朱川、姜英、邵徇、连进京、丁华、盛明。

燃煤助燃剂助燃效果评价方法

1 范围

本标准规定了燃煤助燃剂助燃效果评价方法的原理、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、评价指标、结果计算及重复性等。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤添加助燃剂后助燃效果的评价。

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 476 煤中碳和氢的测定方法

GB/T 6425—2008 热分析术语

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

残碳率 rate of residual carbon

煤在燃烧后残留在残渣中的碳的质量分数,以%表示。

3.2

燃煤助燃剂 coal combustion-aid additives

能够改善燃煤燃烧性能,降低残碳率,不带来新污染源的一类添加物质。

3.3

助燃效果 combustion-aid effect

添加助燃剂的煤燃烧后,残碳产率值的降低程度。

3.4

燃烧终温 terminal temperature of combustion

煤在程序升温实验条件下设定的最高燃烧温度。

3.5

残碳差值 carbon residual difference

煤在相同燃烧条件下添加助燃剂前后残碳率的差值。

3.6

基线 baseline

无试样存在时产生的信号测量轨迹。

[GB/T 6425—2008,定义 3.5.3.1]

4 方法提要

煤样在低于完全燃烧温度的高温下燃烧,在同一燃烧终温下,根据添加助燃剂前后煤样燃烧的残碳率计算残碳差值,并以残碳差值作为评价助燃剂助燃效果的指标。其中,燃烧试验在热重分析仪上进行,煤样燃烧的残碳率由元素分析仪测定。

5 试剂

5.1 氩气:纯度为 99.9%,含氧量小于 0.01%。

5.2 空气:纯度为 99.9%,含氩量小于 1%。

6 仪器设备

6.1 热重分析仪(TA),称量精度 0.000 1 g;程序升温速率 β 能达到 5 °C/min~50 °C/min 的范围;温度 25 °C~1 400 °C,控温精度为 ± 2 °C。

6.2 元素分析仪,碳的检测范围 1%~100%,精度为 ± 0.5 %。

6.3 石英坩埚,直径 20 mm,高 6 mm。

6.4 铁盘,400 mm $\times$ 600 mm。

6.5 样品勺。

6.6 喷壶,体积 6 mL。

6.7 注射器:体积 1 mL;针头:5 号。

7 试验步骤

7.1 试样准备

7.1.1 煤样的制备

按 GB 474 将试验用煤逐级破碎制备粒度小于 3 mm 样品,使其达到空气干燥状态。取其中 (4 $\pm$ 0.1)kg 采用二分器平分为两份,平铺于铁盘中,编号待用。

7.1.2 助燃剂掺混

按照助燃剂产品使用说明或用户要求确定助燃剂添加比例。

7.1.2.1 固体助燃剂

使用样品勺使经研磨的固体助燃剂均匀分散在 7.1.1 中一份平铺煤样的表面上,待空气平衡后装袋并持续摇晃 10 min;7.1.1 中另一份煤样作为对照组装袋。

7.1.2.2 水溶性助燃剂

使用喷壶使经蒸馏水溶解、稀释 5 倍的助燃剂均匀喷洒在 7.1.1 中一份平铺煤样的表面上,待空气平衡后装袋并持续摇晃 10 min;7.1.1 中另一份原煤样喷洒等体积量的水分作为对照组装袋。

7.1.2.3 油性助燃剂

使用注射器使油性类助燃剂液滴均匀分散在 7.1.1 中一份平铺煤样的表面上,分散同时使用样品勺不停地搅拌,待煤样空气平衡后装袋并持续摇晃 10 min;7.1.1 中另一份煤样作为对照组装袋。

7.1.3 评价用样品的制备

将 7.1.2 中添加助燃剂前后的两份样品均破碎至粒度小于 1 mm,使其达到空气干燥状态。缩分 (100 ± 1) g 制成小于 0.2 mm 的分析样,装袋编号待用。

7.2 试验步骤

7.2.1 确定燃烧终温

7.2.1.1 设定热重分析仪(见 6.1)的升温程序:初始温度:30 °C;升温速率:30 °C/min;进气流量:氩气(Ar)10 mL/min,空气 150 mL/min;终温:1 300 °C。

7.2.1.2 在空坩埚条件下按仪器的操作规程启动仪器,完成试验用基线。

7.2.1.3 待仪器温度下降至 30 °C 以下时,调取 7.2.1.2 中的基线,并称取 7.1.3 中未添加助燃剂的煤样 (0.250 ± 0.001) g,称准至 0.000 02 g 平摊在坩埚中。

7.2.1.4 按仪器的操作规程启动仪器,完成终温为 1 300 °C 的样品燃烧试验,保存燃烧曲线。

7.2.1.5 按照附录 A 的方法,根据 7.2.1.4 中的燃烧曲线确定燃煤助燃剂评价用燃烧终温 T_1 、 T_2 、 T_3 、 T_4 。

7.2.2 原煤残碳测试

7.2.2.1 设定热重分析仪的升温程序:初始温度:30 °C;升温速率:30 °C/min;进气流量:氩气(Ar)10 mL/min,空气 150 mL/min;终温: T_1 。降温过程切换空气流量为氩气(Ar)20 mL/min 以保护残渣至常温。

7.2.2.2 在空坩埚条件下按仪器的操作规程启动仪器,完成试验用基线。

7.2.2.3 待仪器温度下降到 30 °C 以下时,调取 7.2.2.2 中的基线,称取 7.1.3 中未添加助燃剂的煤样 (0.250 ± 0.001) g,称准至 0.000 02 g 平摊在坩埚中。

7.2.2.4 按仪器的操作规程启动仪器,完成终温为 T_1 的原煤燃烧试验。

7.2.2.5 待仪器温度下降到 30 °C 以下时,收集原煤残渣。

7.2.2.6 按照 GB/T 476 测定 7.2.2.5 中原煤残渣碳含量,记为 $C_{d,T1}(\text{原煤残渣})$ 。

7.2.2.7 按照 7.2.2 的试验步骤继续完成 $C_{d,T2}(\text{原煤残渣})$ 、 $C_{d,T3}(\text{原煤残渣})$ 、 $C_{d,T4}(\text{原煤残渣})$ 的测试试验。

7.2.3 煤样添加助燃剂后的残碳测试

7.2.3.1 待仪器温度下降到 30 °C 以下时,调取 7.2.2.2 中的基线,称取 7.1.3 中添加助燃剂后的煤样 (0.250 ± 0.001) g,称准至 0.000 02 g 平摊在坩埚中。

7.2.3.2 按仪器的操作规程启动仪器,完成终温为 T_1 的添加助燃剂后煤样的燃烧试验。

7.2.3.3 待仪器温度下降到 30 °C 以下时,收集添加助燃剂后煤样燃烧的残渣。

7.2.3.4 按照 GB/T 476 测定 7.2.3.3 中残渣碳含量,记为 $C_{d,T1}(\text{助燃剂残渣})$ 。

7.2.3.5 按照 7.2.3 的试验步骤继续完成 $C_{d,T2}(\text{助燃剂残渣})$ 、 $C_{d,T3}(\text{助燃剂残渣})$ 和 $C_{d,T4}(\text{助燃剂残渣})$ 的测试试验。

8 效果助燃评价指标与结果计算

8.1 评价指标

以不同燃烧终温下的残碳差值作为助燃剂效果评价指标,符号记为 $\Delta C_{Ti}, i=1,2,3,4$ 。

8.2 结果计算

残碳差值的计算,见式(1):

$$\Delta C_{Ti} = C_{d,Ti(\text{原煤残渣})} - C_{d,Ti(\text{助燃剂残渣})} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

Ti ——样品燃烧终温,单位为摄氏度($^{\circ}\text{C}$); $i=1,2,3,4$;

ΔC_{Ti} ——终温为 Ti 时的残碳差值, %;

$C_{d,Ti(\text{原煤残渣})}$ ——终温为 Ti 时的原煤残渣中碳元素含量, %;

$C_{d,Ti(\text{助燃剂残渣})}$ ——终温为 Ti 时的添加助燃剂后残渣碳元素含量, %。

9 精密度

燃煤助燃剂效果评价的精密度如表 1 规定。

表 1 燃煤助燃剂效果评价的精密度

指标/ %	重复性限/ %
$C_{d,T}$	0.50
ΔC_T	1.00

10 试验报告

燃煤助燃剂效果评价试验报告具体形式参见附录 B。

附 录 A
(资料性附录)
终温温度值确定方法

A.1 燃烧曲线图绘制

按照 7.2.1 的规定进行完成 1 300 ℃ 下样品的燃烧实验,保存生成的燃烧曲线,样品 A 的燃烧曲线如图 A.1 所示,从图 A.1 中可读出样品燃烧剩余百分数(α_T)与温度 T 的关系。

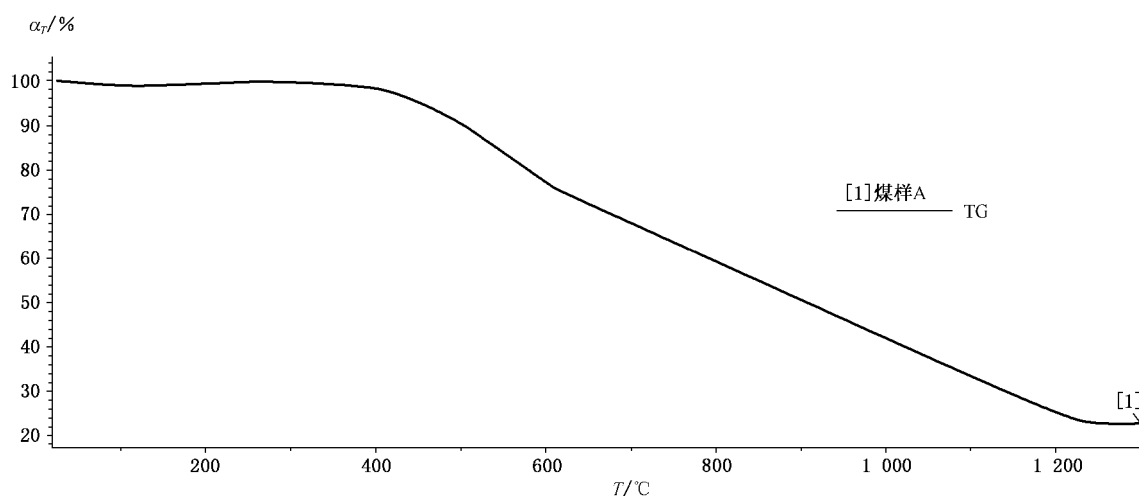


图 A.1 1 300 ℃ 下样品燃烧曲线

A.2 燃烧终温参考值(T_b)计算

以空干基灰分(A_d)的 1.11 倍作为确定燃烧温度的剩余百分数参考值,计算公式见式(A.1):

$$\alpha_{T_b} = 1.11A_{ad} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

α_{T_b} ——温度为 T_b 时的样品燃烧剩余百分数, %;

A_{ad} ——试验煤样灰分空干基值。

根据图 A.1 中 α_T 与温度的关系,由计算出的 α_{T_b} 值读取对应温度点 T_b 。

A.3 燃烧终温计算

根据 T_b 确定燃烧终温,接近 T_b 且为 50 整数倍的温度点作为第一个燃烧终温温度点(T_1):

当 T_1 大于 850 ℃,依次递减 50 ℃ 作为第二(T_2)、第三(T_3)、第四(T_4)燃烧终温温度点;

当 T_1 小于 850 ℃,依次递减 20 ℃ 作为第二(T_2)、第三(T_3)、第四(T_4)燃烧终温温度点。

A.4 示例

A.4.1 灰分(A_d)测试

将试验煤样 A、B、C 按照 GB/T 212 的规定进行灰分测试,结果见表 A.1。

表 A.1 试验煤样灰分(A_d)测试结果

试验煤样	煤样 A	煤样 B	煤样 C
灰分(A_d)/%	22.72	38.36	36.21

A.4.2 1 300 °C 下的燃烧曲线图绘制

按照 7.2.1 的规定进行完成 1 300 °C 下样品的燃烧实验,试验煤样燃烧曲线图见图 A.2、图 A.3、图 A.4。

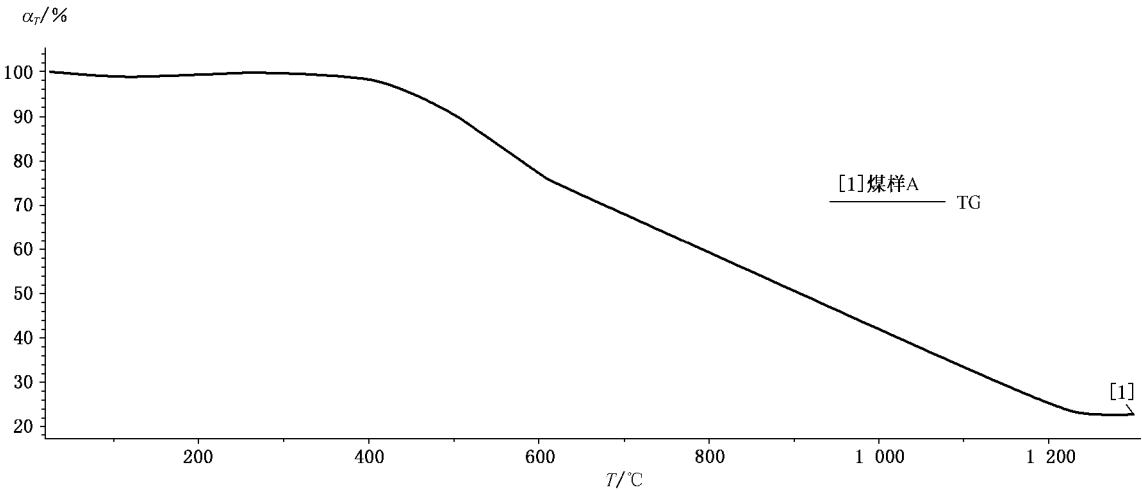


图 A.2 煤样 A 在 1 300 °C 燃烧曲线

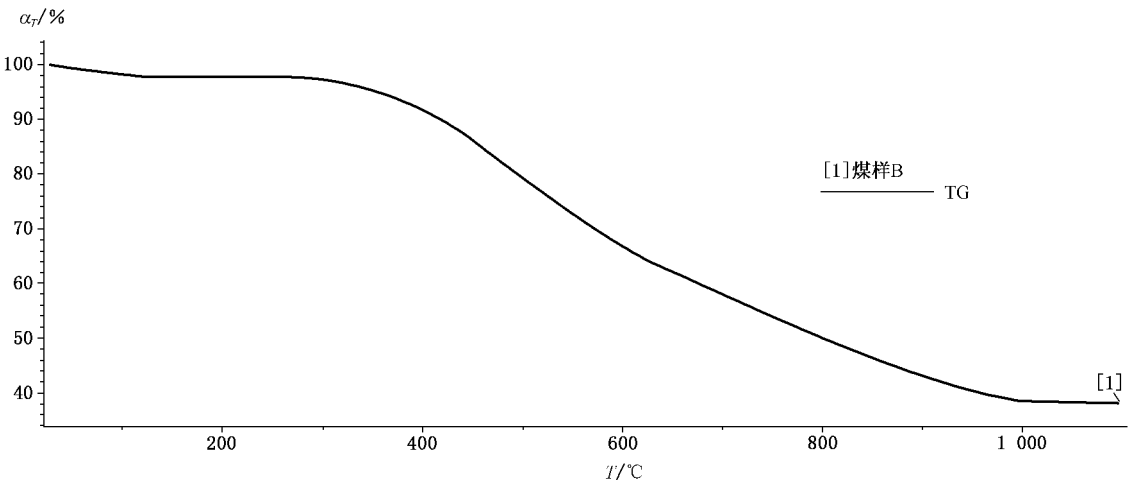


图 A.3 煤样 B 在 1 300 °C 燃烧曲线

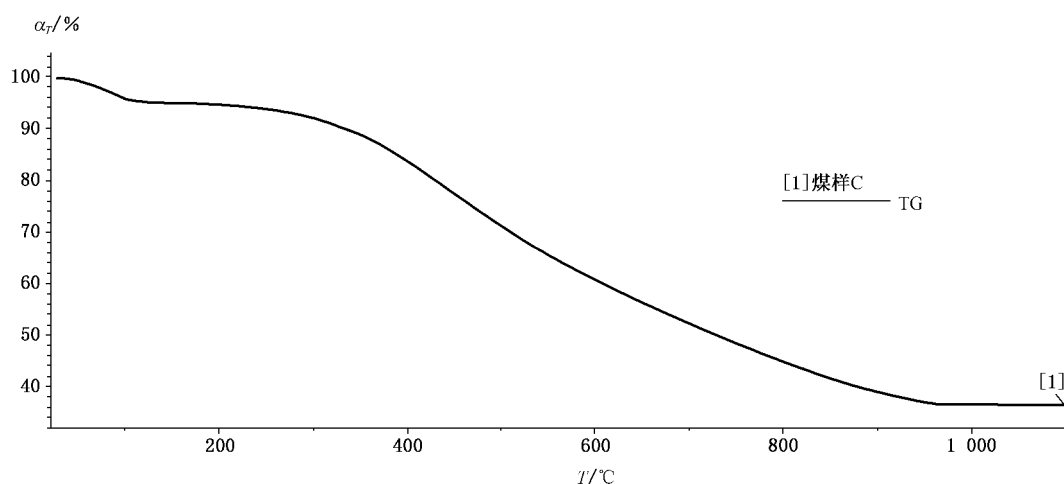


图 A.4 煤样 C 在 1 300 °C 燃烧曲线

A.4.3 燃烧终温确定

A.4.3.1 煤样 A

煤样 A 的 A_{ad} 为 22.72%，乘以 1.11 后 α_{Tb} 为 25.22%，从图 A.3 中可读出 T_b 为 1 214.6 °C，因此 1 200 °C 作为煤样 A 的第一燃烧终温温度值(T_1)，1 150 °C、1 100 °C、1 050 °C 分别为第二(T_2)、第三(T_3)、第四(T_4)燃烧终温温度值点。

A.4.3.2 煤样 B

煤样 B 的 A_{ad} 为 38.36%，乘以 1.11 后 α_{Tb} 为 42.58%，从图 A.4 中可读出 T_b 为 934.5 °C，因此 950 °C 作为煤样 B 的第一燃烧终温温度值(T_1)，900 °C、850 °C、800 °C 分别作为第二(T_2)、第三(T_3)、第四(T_4)燃烧终温温度值点。

A.4.3.3 煤样 C

煤样 C 的 A_{ad} 为 36.21%，乘以 1.11 后 α_{Tb} 为 40.19%，从图 A.5 中可读出 T_b 为 861.3 °C，因此 850 °C 作为煤样 C 的第一燃烧终温温度值(T_1)，830 °C、810 °C、790 °C 分别作为第二(T_2)、第三(T_3)、第四(T_4)燃烧终温温度值点。

附录 B

(资料性附录)

燃煤助燃剂效果评价试验报告示例

检测基本信息				
送样日期				
委托单位				
检测单位				
助燃剂名称		助燃剂主要成分		
助燃剂类型	☐ 固体助燃剂	☐ 油性助燃剂	☐ 水溶性助燃剂	
检测仪器型号	STA 449 F3	坩埚类型	石英坩埚	
试验煤种		试验煤种产地		
燃煤助燃剂效果评价指标				
燃烧终温/℃	T1	T2	T3	T4
$C_{d,T}(\text{原煤残渣})/\%$				
$C_{d,T}(\text{助燃剂残渣})/\%$				

试验时间:

试验:

审核:

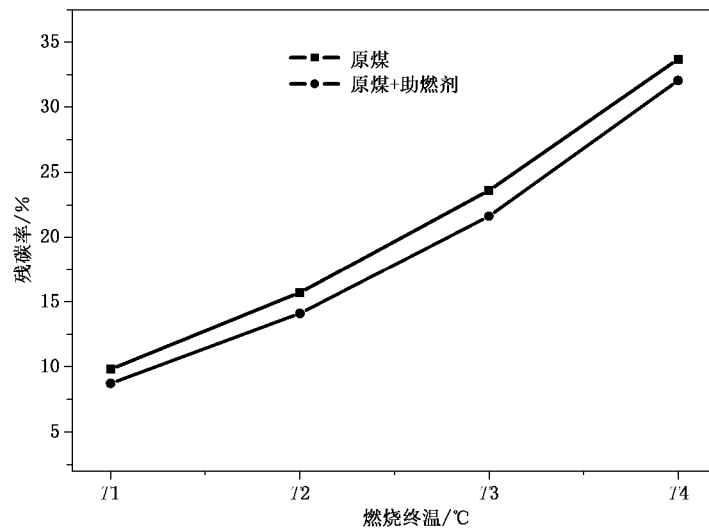


图 B.1 原煤、添加助燃剂后煤样残碳率变化图示例

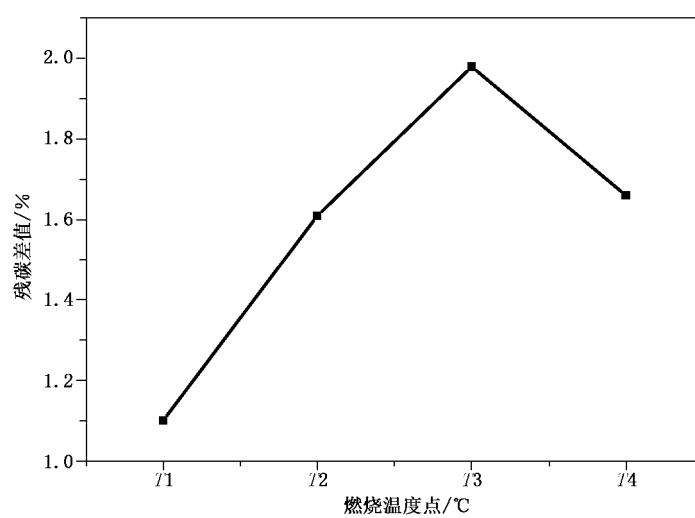


图 B.2 残碳差值变化图示例