



中华人民共和国国家标准

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

2001-11-12 发布

2002-08-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

根据 GB/T 483—1998《煤炭分析试验方法一般规定》，对此标准进行了第 3 次修订，本次修订主要修改了有关的术语和符号，并增加了前言部分，主要技术内容基本未作修改。

本标准自实施之日起，代替 GB/T 220—1989。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准的附录 B 是提示的附录。

本标准由原国家煤炭工业局提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：煤炭科学研究总院煤炭分析实验室。

本标准主要起草人：陈丽珠、姚恩题、施玉英。

本标准于 1963 年 12 月制定，1977 年进行第一次修订，1989 年 12 月第二次修订。

本标准委托煤炭科学研究总院煤炭分析实验室负责解释。

煤对二氧化碳化学反应性的测定方法

代替 GB/T 220—1989

Determination of carboxyreactivity of coal

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所用的煤样、仪器设备,测定步骤和结果表述。

本标准适用于褐煤、烟煤、无烟煤及焦炭。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 474—1996 煤样的制备方法(eqv ISO 1988:1975)

GB/T 483—1998 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百分数,即二氧化碳还原率 $\alpha(\%)$,作为煤或焦炭对二氧化碳化学反应性的指标。

4 试剂

- 4.1 无水氯化钙(HGB 3208):化学纯。
- 4.2 硫酸(GB/T 625):化学纯,相对密度 1.84。
- 4.3 氢氧化钠(GB/T 629)或氢氧化钾(GB/T 2306):化学纯。
- 4.4 钢瓶二氧化碳气:纯度 98%以上。

5 仪器设备

5.1 反应性测定仪,应具有以下技术要求:

反应炉:炉膛长约 600 mm,内径 28~30 mm;最高加热温度可达 1 350 C 的硅碳管竖式炉。

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

温度控制器:能按规定程序加热,控温精度 ± 5 C,最高控制温度不低于 1 300 C。

5.2 试样处理装置,应具有以下技术要求:

管式干馏炉:带有温控器,有足够的容积,温度能控制在 (900 ± 20) C。

干馏管:耐温 1 000 C 的瓷管或刚玉管,长 550~660 mm,内径约 30 mm,外径 33~35 mm。

5.3 气体分析器:奥氏气体分析器或者其他二氧化碳气体分析器,测定范围为 0~100%,精度为

±2%。

5.4 铂铑₁₀-铂热电偶和镍铬-镍硅热电偶各一对。

5.5 热电偶套管:长500~600 mm,内径5~6 mm,外径7~8 mm的刚玉管两根。

5.6 气体流量计:量程0~700 mL/min(在气压低于799.9 hPa即600 mmHg柱的地区要用量程较大的流量计)。

5.7 圆孔筛:直径200 mm,孔径3 mm和6 mm,符合板厚小于3 mm的工业筛标准,并配有底和盖。

5.8 气体干燥塔:内装氯化钙(4.1)。

5.9 洗气瓶:内装浓硫酸(4.2)。

5.10 稳压贮气筒。

5.11 水银气压计:测量范围799.9~1 066.6 hPa,精度0.13 hPa,分度值1.33 hPa,工作温度-15~45℃。

6 测定准备

6.1 试样的制备与处理

6.1.1 按GB 474规定制备3~6 mm粒度的试样约300 g。

6.1.2 用橡皮塞把热电偶套管(5.5)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,加入粒度为6~8 mm碎瓷片或碎刚玉片至热电偶套管露出瓷片约100 mm,然后加入试样至试样层的厚度达200 mm,再用碎瓷片或刚玉片充填干馏管的其余部分。

6.1.3 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中。

6.1.4 接通管式干馏炉电源,以15~20℃/min的速度升温到900℃时,在此温度下保持1 h,切断电源,放置冷却到室温,取出试样,用6 mm和3 mm的圆孔筛(5.7)叠加在一起筛分试样,留取3~6 mm粒度的试样作测定用。粘结性煤处理后其中大于6 mm的焦块必须破碎使之全部通过6 mm筛。

注:煤样也可以用100 cm³的带盖坩埚在马弗炉内按6.1.4规定的程序处理。

6.2 反应性测定仪的安装

6.2.1 按图1连接各部件并使各连接处不漏气。

6.2.2 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恒温区中心。将反应管直立,加入粒度为6~8 mm碎刚玉片或碎瓷片至热电偶套管露出刚玉碎片或瓷碎片约50 mm。

7 测定步骤

7.1 将热处理后3~6 mm粒度的试样加入反应管,使料层高度达100 mm,并使热电偶套管顶端位于料层的中央,再用碎刚玉片或碎瓷片充填其余部分。

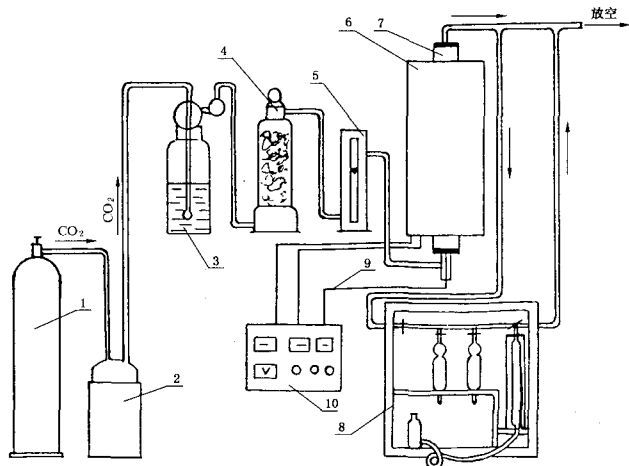
7.2 将装好试样的反应管插入反应炉内,用带有导出管的橡皮塞塞紧反应管上端,把铂铑₁₀-铂热电偶插入热电偶套管。

7.3 通入二氧化碳(4.4)检查系统有无漏气现象,确认不漏气后继续通二氧化碳2~3 min赶净系统内的空气。

7.4 接通电源,以20~25℃/min速度升温,并在30 min左右将炉温升到750℃(褐煤)或800℃(烟煤、无烟煤),在此温度下保持5 min。当气压在(1 013.3±13.3)hPa(760±10 mmHg柱)、室温在12~28℃时,以500 mL/min的流量通入二氧化碳(如气压和室温偏离前述规定,应按附录A(标准的附录)校准),通气2.5 min时用奥氏气体分析器在1 min内抽气清洗系统并取样。停止通入二氧化碳,分析气样中的二氧化碳浓度(若用仪器分析,应在通二氧化碳3 min时记录仪器所显示的二氧化碳浓度)。

7.5 在分析气体的同时,继续以20~25℃/min的速度升高炉温。每升高50℃按7.4的规定保温、通二氧化碳并取气样分析反应后气体中的二氧化碳浓度,直至温度达到1 100℃时为止。特殊需要时,可测定

到 1 300 C。



1—二氧化碳瓶；2—贮气筒；3—洗气瓶；4—气体干燥塔；5—气体流量计；
6—反应炉；7—反应管；8—奥氏气体分析器；9—热电偶；10—温度控制器

图 1 反应性测定装置图

8 数据处理及结果报告

8.1 根据以下关系式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：

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

式中： α ——二氧化碳还原率，%；

a ——钢瓶二氧化碳气体中杂质气体含量，%；

V ——反应后气体中二氧化碳含量，%。

注：当钢瓶二氧化碳的纯度改变时，必须重新绘制 α 与 V 的关系曲线。

8.2 根据测得的反应后气体中二氧化碳含量 V ，从 α — V 曲线上查得相应的二氧化碳还原率 α 。

8.3 结果报告：

每个试样做两次重复测定，按 GB/T 483 规定的修约规则，将测得的反应后气体中的二氧化碳含量 V ，修约到小数后一位，从 α — V 曲线上查得相应的二氧化碳还原率 α ，将测定结果填入附录 B(提示的附录)所示的表中。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，通过各点按最小二乘法原理绘一条平滑的曲线——反应性曲线(见附录 B)。将测定结果表和反应性曲线一并报出。

9 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 $\pm 3\%$ 。

附录 A

(标准的附录)

二氧化碳流量的调整

A1 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(A1)进行调整:

$$V = 500 \times \frac{1\,013.3}{p} \times \frac{273+t}{273+20} \dots\dots\dots (A1)$$

式中: V ——需通入的二氧化碳流量, mL/min;

p ——大气压力, hPa;

t ——室温, ℃。

A2 如果计算值在(500±20)mL/min 范围内,仍可按 500 mL/min 的流量通二氧化碳。

附录 B

(提示的附录)

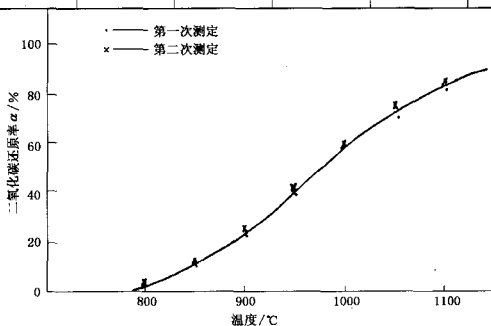
二氧化碳反应性测定报告(示例)

试样编号

来样编号

测定日期

温度, ℃	800	850	900	950	1 000	1 050	1 100
CO ₂ /%	92.3	79.4	62.1	45.3	29.4	17.9	11.1
	89.7	76.6	58.4	42.0	27.2	14.7	9.6
α /%	3.5	11.0	23.0	37.3	54.3	69.5	79.9
	4.9	12.8	25.9	40.6	57.0	74.2	82.4



测定 _____

审核 _____

批准 _____