

煤的基氏流动度测定标准及测定仪研究

孙会青, 齐 炜, 胡 进

(煤炭科学研究总院 北京煤化工研究分院 北京 100013)

摘要:对各国和地区采用基氏塑性仪测定煤的流动度的相关标准进行了研究,美国、日本等国和地区的研究较为完善。比较分析了各国煤的基氏流动度测定标准的不同之处,除部件精确度要求有差别外,最主要的不同之处为煤甑坩埚底部中心凹槽坡口角度不同,这就产生了搅拌桨与坩埚底部的不同接触方式。总结了我国煤的基氏流动度测定标准以及基氏流动度测定仪研制过程中存在的主要问题及应用、发展现状。研究表明,基氏流动度的测定尚未有相关的国家标准,而国内测定仪多为国外进口,国内研制的设备精度不高,检测效率较低;在煤的流动度指标应用上,日本等国将其用于指导配煤炼焦、预测焦炭质量,而中国也在这些方面逐渐进行研究。

关键词:基氏流动度;基氏塑性仪;测定标准;炼焦配煤

中图分类号:TD849;TQ536

文献标识码:A

文章编号:1006-6772(2011)06-0073-04

煤的流动度是表征煤在干馏时所形成胶质体的流动性质,是煤的塑性指标之一。流动度是研究煤的流变性和热分解动力学的有效手段,可以用于指导配煤和进行焦炭强度预测。煤的流动度测定方法常采用德国人基泽勒(K·Gieseler)于1934年提出的基氏塑性仪法。其测定原理是,用固定力矩转动一个插入煤样中的搅拌桨,当煤样受热形成胶质体时,随着温度的升高,胶质体的流动性发生变化,搅拌桨因此受到不同的阻力,转速发生相应的变化,从而测得煤的流动度曲线。现在有多个国家采用基氏塑性仪法测定煤的流动度,制定了相关试验方法的标准,美国、日本、加拿大和澳大利亚等国已将基氏流动度作为配煤指标之一;中国也制定了相关测定标准,并将基氏流动度在配煤炼焦过程中进行了探讨研究,但相对于美国、日本等,中国在标准制定上较落后,缺少具有自主知识产权的产品。

本文介绍并对比分析了美国、日本、中国等制定的基氏流动度测定仪测定煤的塑性相关标准,总

结了我国基氏流动度测定仪研制过程中存在的问题。

1 煤的流动度测定标准

根据测定原理可以将煤的流动度测定方法分为2类:一类是采用恒力矩的方法,属于这类的有基氏塑性仪法;另一类为变力矩的方法,属于该类的有戴维斯塑性仪法和波拉本达塑谱仪法^[1]。除澳大利亚标准协会(SAA)发行的煤塑性测定标准包含有恒力矩测定方法AS 1038.12.4.1和变力矩测定方法AS 1038.12.4.2^[2]外,其它标准多采用恒力矩基氏塑性仪法来测定煤的流动度。在各国制定的测定煤的流动度的标准中,均对测定方法的适用范围、仪器装置、操作过程、试验结果处理等作了详细介绍和要求。有关基氏塑性仪法标准制定的国家已经很多,1954年,美国材料试验协会(ASTM)制定了基氏流动度的测定标准,又于1969年修订、1974年重新批准了ASTM D1812,该标准现已作

收稿日期:2011-08-08 责任编辑:孙淑君

基金项目:煤炭科学研究总院实验室建改基金(2010SY01)

作者简介:孙会青(1980—),男,河北石家庄人,工程师,硕士,研究方向为煤焦仪器与煤炭热解技术。

废^[3] 其后又以新标准号 D2639 发行了测试标准 ASTM D2639—1998/2004/2004^{e1}/2008, 发行的最新版本为 2008 年修订的版本^[4]。

日本工业标准调查会 (JISC) 制定的日本工业标准 (JIS) 中有关煤的测试标准 JIS M8801 (标准名称为 Coal-testing Methods) 中详细介绍了煤的基氏流动度的测试方法, 该标准经历了多次发行修订, 最新发行的为 2004 年版, 并于 2008 年进行了修订^[5]。

国际标准化组织 (ISO) 也多次发行并修订了有关煤的塑性测试标准, 最新发行的为 ISO 10329—2009^[6]。

台湾标准化委员会 (CNS) 借鉴日本相关标准, 于 1984 年发行了 CNS 11024 用于煤炭流动性的测试方法^[7], 此标准可以视作日本标准的繁体中

文版。

除了美国和日本的基氏流动度测定标准, 其它国家的标准制定大多对应于但非等效于国际标准化组织发行的标准 ISO 10329, 例如中国煤炭行业标准 MT/T 1015—2006^[8]、德国标准化学会 (DIN) 发行的 DIN 51735—2009^[9]、巴基斯坦标准和质量控制局 (PSQCA) 发行的 PS 1500—1981^[10]、澳大利亚标准协会 (SAA) 发行的 AS 1038.12.4.1—1996^[11] 等。

2 基氏流动度测定标准的不同

在采用恒力矩基氏塑性仪法来测定煤的塑性的标准中, 因对煤甑、搅拌桨的尺寸和形状、作用力矩和装煤方式的要求不尽相同, 故所测结果不能对比。基氏塑性仪的不同之处可参见各国标准及表 1。

表 1 基氏塑性仪的 4 种典型标准的比较

项 目	MT/T 1015—2006	ASTM D2639—08	JIS M8801: 2004	ISO 10329: 2009(E)
煤甑坩埚内径/mm	21.4 ± 0.1	21.4 ± 0.08	21.4 ± 0.1	21.4 ± 0.1
煤甑坩埚深度/mm	35.0 ± 0.3	35.0	35.0 ± 0.1	35.0 ± 0.3
坩埚底部凹槽/mm	2.38 ± 0.02(70°)	2.38 ± 0.02(<50°)	40°	2.38 ± 0.02(70°)
煤甑锅盖孔/mm	9.5 ± 0.1	—	—	9.5 ± 0.1
甑筒筒长/mm	121.0 ± 2.5	121.0	121.0 ± 2.5	121.0 ± 2.5
甑筒内径/mm	9.5 ± 0.1	9.53 ± 0.08	9.5 ± 0.1	9.5 ± 0.1
甑筒顶部内径/mm	12.7	12.7	12.7	12.7
金属搅拌桨直径/mm	3.95 ± 0.05	3.96 ± 0.03	4.0 ± 0.1	3.95 ± 0.05
金属搅拌桨总长/mm	—	—	144.5	—
搅拌桨末端坡度/mm	60°	60°	60°	60°
搅拌桨臂长/mm	6.40 ± 0.05	6.35 ± 0.05	6.40 ± 0.1	6.40 ± 0.05
搅拌桨桨臂直径/mm	1.60 ± 0.05	1.59 ± 0.03	1.60 ± 0.1	1.60 ± 0.05
桨臂中心距/mm	3.2 ± 0.05	3.18 ± 0.03	3.2 ± 0.1	3.2 ± 0.05
最下面一桨臂与坩埚底部间距/mm	1.60 ± 0.05	1.59	1.60	1.60 ± 0.05
导向环内径/mm	—	—	4.2	—
导向环外径/mm	—	—	9.0	—
导向环高度/mm	—	—	15.0	—
导向环间距/mm	0.05 ~ 0.1	0.05	—	0.05 ~ 0.1
金属浴内径/mm	—	—	63.5	—
金属浴深度/mm	—	—	160	—
甑在焊料浴中深度/mm	75	76.2	76.2	75
装样器静负荷/kg	9	9	8.95	9
装样器动负荷/kg	1	1	1	1
装样器动负荷落下高度/mm	115	114.3	115	115
动负荷降落次数	12	12	3	12
力矩标定/(g · cm)	101.6 ± 5.1	101.6 ± 5.1	100 mN · m	101.6 ± 5.0

注: “—”为在对应标准中无该参数。

通过表 1 对比分析可以得到,除部件精确度要求有所差别外,最主要的不同之处为煤甑坩埚底部中心凹槽坡口角度不同,这就产生了搅拌桨与坩埚底部的不同接触方式。坡口角度主要分为 2 种,一种为国际标准化组织标准和对应于该标准的各国标准中规定坡口角度为 70° ,大于搅拌桨末端坡度,即两部件接触方式为点接触;一种为美国材料试验协会和日本工业标准调查会制定的标准中规定坡口角度小于搅拌桨末端坡度,即两部件接触方式为线接触。

3 中国基氏流动度研究存在的问题

国外一些发达国家对基氏流动度的研究相对较多,制定的标准也较为完善,而对于中国来说,只有煤炭工业协会 2006 年提出的煤炭行业标准 MT/T 1015—2006,无论是在流动度测定装置的组件尺寸设计上,还是试验测定方法的要求上,主要还是翻译来自国际标准化组织发行的标准 ISO 10329。基氏流动度测定仪设备的研制上,美国、日本和意大利等国都经历了几代产品的升级研制,现在均已采用双炉转换电加热炉,检测效率高,这些国家的生产制造技术日臻成熟。而在中国基氏流动度测定仪需要从国外进口,因设备进口价格较高,只有少数科研单位和大型企业引进,如宝钢、首钢、本钢、鞍钢、梅钢等。中国没有成功研制出基氏流动度测定仪的原因是该仪器属于精密仪器,在研制过程中存在诸多难点。

(1) 煤甑组件中搅拌桨与坩埚底部接触方式。虽然各国标准中规定搅拌桨末端呈坡度为 60° 的锥形,但对坩埚底部倾角角度的规定有所差异,所以搅拌桨与坩埚底部的接触有点接触、线接触和面接触 3 种方式。

(2) 炉温控制要精准。MT/T 1015—2006 中规定电炉为手动或自控电加热炉,平均加热速度为 $(3.0 \pm 0.1)^\circ\text{C}/\text{min}$,在 $300 \sim 550^\circ\text{C}$ 的温度区间内,任一给定时刻的加热速度不能超过 $(3.0 \pm 1.0)^\circ\text{C}/\text{min}$,任一给定 5 min 的温升为 $(15 \pm 1)^\circ\text{C}$ ^[7]。日本标准中更为严格:在 $300 \sim 500^\circ\text{C}$ 的温度区间内,任一给定时刻的加热速度不能超过 $(3.0 \pm 0.1)^\circ\text{C}/\text{min}$ ^[5]。这就要求炉温控制要非常精准。

(3) 力矩校验,以检查驱动轴是否准直和轴承转动是否正确,正确调节的力矩是获得重复性、再现性好的最大流动度值的一个重要参数。塑性仪

力矩常用一种绳和滑轮组合装置来校验,装置示意如图 1 所示。当塑性仪电机启动时,力矩测量装置的读数应为 $(101.6 \pm 5.1) \text{g} \cdot \text{cm}$ 。

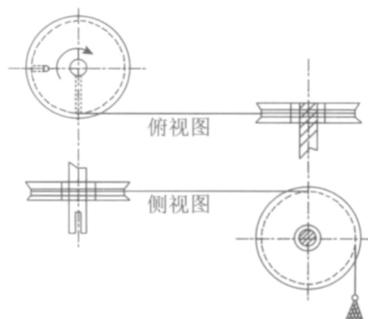


图 1 标定力矩的滑轮装置示意

(4) 组件机加工的精确度。测定装置组件的规格参数在标准中都有具体详细的要求,如搅拌桨的直径、末端坡度、配有 4 根桨臂的长度、直径、排列角度以及轴向间距等都要要求在 0.05mm 的精度范围内,但中国加工制造的流动度测定仪精度较差,使得测定结果可信度降低。

此外,基氏流动度也是日本、澳大利亚等国炼焦煤评价常规指标之一,适用于精确配煤工艺,随着炼焦煤资源的紧缺,基氏流动度已被越来越多的中国企业用于评价炼焦原料煤和指导配煤。2010 年,中国进口炼焦煤达 4700 万 t 以上,且进口量与日俱增,由于缺乏基氏流动度测定仪和相关标准,在国际贸易中炼焦煤煤质分析不能及时与国外相关机构沟通,导致不必要的经济损失。

4 结 语

通过对主要国家和地区有关煤的基氏流动度测定标准的研究可以看出,相对于美国、日本等国家,中国对基氏流动度及其测定仪研究较少。在标准的制定上,只有煤炭工业协会提出发行的煤炭行业标准 MT/T 1015—2006,主要还是翻译于国际标准化组织发行的标准 ISO 10329;在标准的执行上,中国使用的多为国外产品,而执行的标准则为国内标准,国外产品的组件规格与国内标准中要求的并不完全相吻合,这就造成试验结果的偏差;在设备的研究制作上,中国缺少自主知识产权的产品,研制上多效仿于国外已有的成型产品;在基氏流动度参数的应用上,主要用于配煤炼焦、预测焦炭质量,这方面日本最为重视^[12],而中国也在逐渐进行研究,例如宝钢对应用基氏流动度作为配煤指标的

能性进行了探讨,并将基氏最大流动度的对数值lgMF应用到焦炭强度预测模型中^[13]。

参考文献:

[1] 煤的流动度 [DB/OL]. <http://www1.chkd.cnki.net/kns50/XSearch.aspx?KeyWord=%e7%85%a4%e7%9a%84%e6%b5%81%e5%8a%a8%e5%ba%a6>.

[2] AS 1038. 12. 4. 2—1996 ,Coal and coke-analysis and testing part 12. 4. 2: Higher rank coal-caking and coking properties-plasticity-discontinuous torque Gieseler method [S].

[3] ASTM D1812 ,Method of test for plastic properties of coal by Gieseler plastometer [S].

[4] ASTM D2639—1998/2004/2004 ϵ 1/2008 ,Standard test method for plastic properties of coal by the constant-torque Gieseler plastometer [S].

[5] JIS M8801 ,Coal-testing methods [S].

[6] ISO 10329—2009 ,Coal-determination of plastic properties constant-torque Gieseler plastometer method [S].

[7] CNS 11024 ,Method of test for plastic properties of coal by the Gieseler plastometer [S].

[8] MT/T 1015—2006 煤的塑性性能测定—恒力矩基氏塑性仪法 [S].

[9] DIN 51735—2009 ,Testing of solid fuels-determination of plastic properties of coal with the Gieseler plastometer [S].

[10] PS 1500—1981 ,Method of test for plastic properties of coal by Gieseler plastometer [S].

[11] AS 1038. 12. 4. 1—1996 Coal and coke-analysis and testing part 12. 4. 1: Higher rank coal-caking and coking properties-plasticity-continuous torque Gieseler method [S].

[12] 王春华. 煤的基氏流动度研究进展 [J]. 梅山科技, 2008(1): 6-7.

[13] 付建华, 张振国, 薛立民. 基氏流动度分析在炼焦配煤中的应用 [C]. 2008 年全国炼铁生产学术会议暨炼铁年会 2008: 659-661.

Study on Gieseler plastometer and determination standards of Gieseler fluidity

SUN Hui-qing, QI Wei, HU Jin

(Beijing Research Institute of Coal Chemistry, China Coal Research Institute, Beijing 100013, China)

Abstract: Research the standards of coal Gieseler fluidity tested by Gieseler plastometer in many different countries, which is more advantage in America and Japan. Compare the differences of standards in different countries, found that besides the requirement of parts precision of Gieseler plastometer was slightly different, the primary difference was the angle of V shape notch in the central of crucible base, which would lead to a different contact way of steel stirrer and retort crucible bottom. Summarize the main issues in the process of setting coal Gieseler fluidity, also introduce its application and development. There are no national measuring standards in China to guide the test, the Gieseler plastometers are mainly imported from abroad, the precision of domestic equipments is low. Gieseler fluidity of coal was used for coals blending and predicting the coke quality in Japan and other countries, and similar researches had also been carried out gradually in China.

Key words: Gieseler fluidity; Gieseler plastometer; determination standards; coking blend

简 讯

《洁净煤技术》杂志已被美国《乌利希期刊指南》(Ulrichsweb)、美国《化学文摘》(CA)、波兰《哥白尼索引》(IC) 收录。