



T/CAIA

团体标准

T/CAIA/SHO20—2024T/CSTM 01000—2024/ (IDT)

粉煤灰 碳含量的测定 热重法

Fly ash - Determination of carbon content - Thermogravimetry

2024-01-05 发布

2024-04-05 实施

中国分析测试协会
中关村材料试验技术联盟

发布

前 言

本文件参照 GB/T 1.1—2020 《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》和 GB/T 20001.4—2015 《标准编写规则 第 4 部分：试验方法标准》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

T/CSTM 01000—2024 与 T/CAIA/SH020—2023 一致程度为等同 (IDT)。

本文件由中国材料与试验标准化委员会科学试验标准化领域委员会 (CSTM/FC98) 和中国分析测试协会共同提出。

本文件由中国材料与试验标准化委员会科学试验标准化领域委员会 (CSTM/FC98) 和中国分析测试协会共同归口。

粉煤灰 碳含量的测定 热重法

重要提示:使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了用热重法测定粉煤灰中碳含量的方法。

本文件适用于碳含量质量分数 3%~15%粉煤灰样品的分析。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。凡是注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件。凡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 1596 用于水泥和混凝土中的粉煤灰试验方法

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 27762 热重分析仪质量示值校准的试验方法

3 术语和定义

GB/T 1596 界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

粉煤灰 fly ash

电厂煤粉炉烟道气体中收集的粉末。

注:粉煤灰不包括以下情形:(1)和煤一起煅烧城市垃圾或其他废弃物时;(2)在焚烧炉中煅烧工业或城市垃圾时;(3)循环流化床锅炉燃烧收集的粉末。

[来源:GB/T 1596—2017, 3.1]

3.2

碳含量 carbon content

粉煤灰中未燃尽碳的含量。

4 原理

样品放入热重分析仪中,先于惰性气氛升温使水和可分解无机盐的气体产物从试料中充分释放出来;降温后切换为氧化性气氛并再次升温,使碳进行充分燃烧,以氧化气氛中的最

大失重量来确定粉煤灰中的碳含量。

5 试剂和材料

5.1 惰性气体

氮气或其他惰性气体，纯度 $\geq 99.999\%$ 。

5.2 氧化性气体

空气或氧气，干燥无油，进仪器前用分子筛脱水。

6 仪器和设备

热重分析仪：仪器温度可达 1000 °C，天平感量不低于 0.001 mg，能记录热失重曲线，并配有惰性气体和氧化性气体。仪器性能应满足相关的检定规程或校准规范的要求及气密性检查。

7 样品

按照GB/T 6679 的规定取样并混合均匀，取约2 g~3 g试样备用。

8 试验步骤

8.1 仪器准备

8.1.1 开机

打开热重分析仪，接通惰性气体，使仪器达到稳定状态。

8.1.2 校正

按照GB/T 27762 或仪器说明书对重量、温度进行校正。

8.2 热分析测试

8.2.1 空白试验

使用空白坩埚，在试验条件下进行基线测试。

8.2.2 样品称量

将约20 mg 粉煤灰样品加入到热重分析仪的样品盘/坩埚内，达到平衡后读取并记录样品质量为 m_0 ，精确到0.001 mg。

8.2.3 温度程序设置及测试

8.2.3.1 调节惰性气体流量(根据不同仪器要求选择最优值)，以5 °C/min~20 °C/min的速率将炉温升至950 °C，保温至恒重；以5 °C/min~20 °C/min的速率降温到200 °C。

8.2.3.2 将样品吹扫气由惰性气体切换为氧化性气体，200 °C 保温30 min，记录此时的试料质量 m_1 ，再以5 °C/min~20 °C/min的速率将炉温升至1000 °C，根据热重分析曲线，记录失重量最大时的试料质量 m_2 。

9 试验数据处理

粉煤灰的碳含量按公式(1)计算：

$$\omega = \frac{m_1 - m_2}{m_0} \times 100\% \dots\dots\dots (1)$$

式中：

ω ——粉煤灰碳含量，单位为%；

m_1 ——氧化气氛恒重后的粉煤灰质量，单位为毫克（mg）；

m_2 ——试样在氧化性气氛条件下，最大失重时的质量，单位为毫克（mg）；

m_0 ——粉煤灰试样的质量，单位为毫克（mg）。

试验结果应按GB/T 8170修约，计算结果保留至小数点后两位。

10 试验结果可接受性检验

必要时，对试验结果进行可接受性检验，检验流程参见附录A。

11 精密度

选择了3个碳含量水平的粉煤灰试样，进行6个实验室间的比对试验，每个样品测试3次，从而获得两次独立测试结果的绝对差值在95%置信概率下应不大于公式(2)的规定。原始数据见附录B。

$$\begin{aligned} \text{重复性限 } r &= 0.179e^{0.077m} \\ \text{再现性限 } R &= 1.57 \dots\dots\dots (2) \end{aligned}$$

式中：

m —碳含量水平。

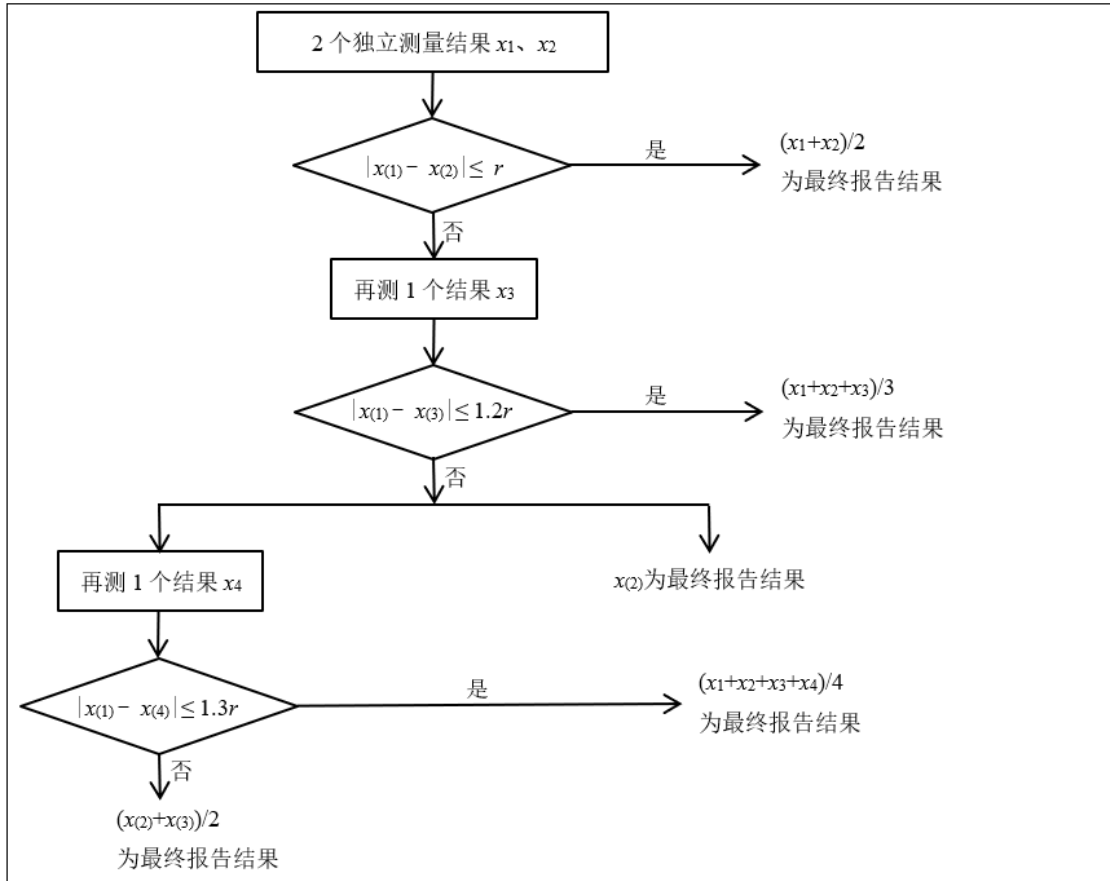
12 试验报告

试验报告应当包括但不限于下列内容：

- a) 识别样品、实验室和试验日期所需的全部资料；
- b) 引用文件编号；
- c) 结果及其表示；
- d) 热重曲线，见附录C示例；
- e) 测定中发现的异常现象；
- f) 对结果可能已产生影响的本文件中未作规定的各种操作或任选的操作。

附录 A
 (资料性)
 测量结果可接受性检验流程

试验结果按图A. 1所示的流程进行可接受性检验。



标引序号说明：
 r —重复性限；
 x_i —测定结果；
 $x_{(i)}$ ——按大小顺序排列的结果。

图 A. 1 测量结果可接受性检验流程图

附录B
(资料性)
原始数据

精密度原始数据见表B.1。

表B.1 粉煤灰碳含量测定结果统计表 (ω , %)

水平j	实验室A-1	实验室A-2	实验室B	实验室C	实验室D	实验室E	实验室F
1	3.56	3.77	3.41	3.12	2.93	---	4.42
	3.57	3.83	3.42	3.11	2.77	3.84	4.49
	3.40	3.76	3.45	3.09	2.56	3.88	4.57
2	9.01	9.08	9.02	8.84	8.20	9.00	10.06
	9.09	9.20	8.95	8.76	8.28	9.40	10.02
	9.06	9.28	8.94	8.92	8.43	9.49	10.12
3	13.34	14.01	13.32	13.21	12.75	13.78	14.64
	13.29	14.18	13.38	13.44	13.38	---	14.57
	13.18	13.99	13.67	13.34	13.40	14.07	14.58

附录 C

(资料性)

碳含量测定热重曲线示例

图C.1为粉煤灰碳含量测试热重曲线，碳含量为5.48%。

测试条件：样品质量20.0 mg，升/降温速率20 °C/min，保护气为氮气（50 mL/min），在第一个升温循环里吹扫气为惰性气体（氮气，50 mL/min）、并在降温到200 °C时，切换吹扫气为氧化性气体（空气，50 mL/min），在200 °C保持30 min，再次升温至1000 °C。

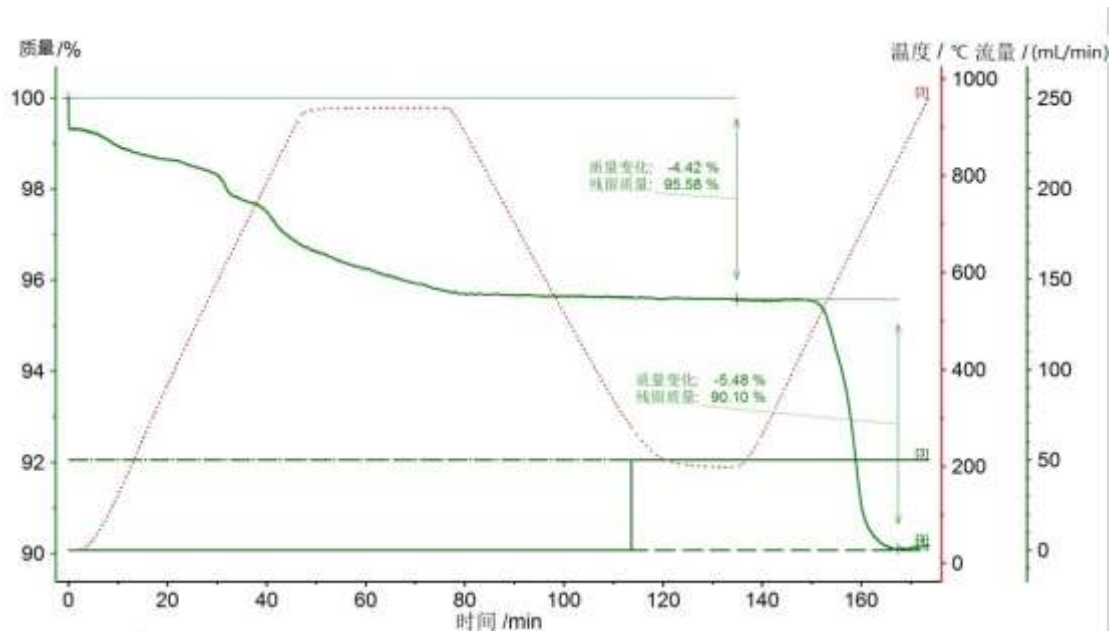


图 C.1 粉煤灰碳含量测试热重曲线

附录D

(资料性)

起草单位和主要起草人

本文件起草单位：北京低碳清洁能源研究院、中国科学院山西煤炭化学研究所、中国科技大学、中国科学院海西研究院厦门稀土材料研究所、中国科学院长春应用化学研究所、国家能源集团宁夏煤业有限责任公司、开封宏力粉煤灰科技有限公司。

本文件主要起草人：段雪蕾、马琳鸽、卓锦德、董阳、刘聪云、李永龙、孙峤昶、任凯、孔德婷、申巧玲、乔岩、陈帅、丁延伟、宋立军、张其凯、杨磊、于洋、申国鑫、王广奇。

T/CAIA/SH020—2024/T/CSTM 01000—2024 (IDT)

参 考 文 献

- [1] GB/T 6379.2—2004 第 2 部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法
- [2] GB/T 6425—2008 热分析术语