

全自动工业分析仪测定工业材料水分、灰分、挥发分方法研究

刘秋凤 段超越 任 钰

河南安钢周口钢铁有限责任公司 河南 周口 466000

摘要: 为提升工业材料水分、灰分、挥发分测定的精准度与效率,以焦炭、炼焦煤、喷煤为研究对象,基于全自动工业分析仪的热重分析原理,通过单因素、正交试验优化测定参数,构建多指标联合测定流程。经验证,优化后方法重复性 $RSD \leq 0.35\%$,标准样品回收率 $99.4\% \sim 100.6\%$,与国标方法差值 $\leq 0.15\%$,效率提升约 47% 。该方法操作简便、稳定可靠,可满足焦化、冶金行业大批量样品检测需求,具有较高推广应用价值。

关键词: 全自动工业分析仪;测定工业材料;水分、灰分、挥发分;方法

引言:水分、灰分、挥发分是评价工业材料品质的核心指标,其测定准确性直接影响生产质量控制与工艺优化。传统测定方法操作繁琐、耗时久、误差大,难以适配工业大批量检测需求。全自动工业分析仪凭借自动化、高精度优势,已广泛应用于工业材料检测领域。本文围绕该仪器测定三大指标的方法展开研究,通过参数优化与试验验证,解决传统方法痛点,为工业材料高效、精准检测提供技术支撑。

1 相关理论与试验基础

1.1 全自动工业分析仪的工作原理

(1) 热重分析的核心原理在仪器中的应用:基于样品受热质量随温度变化规律,仪器监测质量波动为指标测定提供基础,无需频繁移动样品即可完成检测。(2) 仪器核心组件的工作机制:圆井形高温炉温场均匀,PID控温精度达 1°C ;内置电子天平经隔热保护,可精准称量质量变化;控制系统通过自适应技术统筹组件协同,实现无人值守。(3) 仪器自动化控制流程与数据采集原理:涵盖自动称样、送样、升温、检测全流程,计算机实时采集温质数据,自动完成处理、计算与存储,无需人工干预,大幅提升效率与准确性^[1]。

1.2 焦炭、炼焦煤、喷煤水分、灰分、挥发分的测定原理

(1) 水分测定的原理与影响因素:采用干燥失重法,恒温干燥去除样品水分,依质量差值计算含量;影响因素包括干燥温度、样品粒度、称量容器规格及实验室湿度。(2) 灰分测定的原理与反应过程:高温灰化法下,样品经灼烧后有机成分挥发,残留无机成分为灰分;需先碳化样品,控制温度避免碳粒包藏或元素挥发影响结果。(3) 挥发分测定的原理与计算逻辑:隔绝空气高温

热解样品,质量减少量减去水分含量即为挥发分;精准称量样品前后质量,代入公式计算确保结果严谨。

1.3 试验相关标准与规范

(1) 国内相关国家标准要求:遵循GB/T30732-2014、GB/T 2001-2013、GB/T 212-2008,明确检测温度、时间等参数,确保流程与结果符合仲裁分析要求。(2) 仪器操作标准与试验安全规范:严格按操作规程执行,避免频繁开炉门防烫伤;定期检查设备,确保气动装置、排烟系统正常运行,保障安全。(3) 数据精度与重复性的评价标准:以平行试验结果偏差为依据,控制误差在允许范围,确保检测结果具有良好重复性与可靠性,满足工业质量控制需求。

1.4 试验材料与仪器准备

(1) 试验材料的选取、预处理与保存方法:选取代表性样品,经研磨筛分至均匀粒度, 105°C 烘干去水后密封保存,避免受潮污染,保证样品特性稳定。(2) 全自动工业分析仪的型号、参数及调试流程:选用适配检测型号,调试时校准控温精度与天平灵敏度,检查自动送样、数据采集功能,确保仪器处于最佳状态。(3) 辅助试剂与设备的准备与校准:准备洁净坩埚、干燥器等,坩埚提前灼烧至恒重,干燥器定期检查密封性,保障辅助设备符合试验精度要求。

2 全自动工业分析仪测定方法优化与试验

2.1 水分测定方法优化与试验

(1) 测定参数的单因素试验:以炼焦煤、喷煤、焦炭为研究对象,固定样品用量、粒度等无关参数,分别设置不同干燥温度(100°C 、 105°C 、 110°C 、 115°C)和恒温时间(30min、40min、50min、60min)进行单因素试验,每个参数水平重复3次,计算水分含量及相对标准

偏差(RSD)。结果表明,干燥温度过低、时间不足会导致水分未完全脱除,结果偏低;温度过高、时间过长会造成样品氧化,结果偏高,初步确定适宜参数范围。(2)正交试验优化水分测定的最佳参数组合:基于单因素试验结果,选取干燥温度、恒温时间为影响因素,各设3个水平,设计L9(3²)正交试验,以水分测定RSD为评价指标,优化最佳参数组合。通过极差分析和方差分析,确定各因素影响显著性顺序,最终得到水分测定的最佳参数:干燥温度105℃、恒温时间45min,此时测定结果稳定性最佳^[2]。(3)优化后方法的重复性与稳定性验证:采用最佳参数组合,对同一批次焦炭、炼焦煤、喷煤样品进行6次平行测定,计算RSD;间隔3天对同一样品进行测定,验证方法稳定性。结果显示,重复性试验RSD ≤ 0.2%,稳定性试验RSD ≤ 0.3%,表明优化后方法重复性好、稳定性强,满足工业检测要求。

2.2 灰分测定方法优化与试验

(1)灰化温度、升温速率对测定结果的影响试验:固定样品用量、恒温时间等参数,设置灰化温度(700℃、750℃、800℃、850℃)和升温速率(5℃/min、10℃/min、15℃/min、20℃/min)进行单因素试验。结果显示,灰化温度过低会导致焦炭、炼焦煤、喷煤有机成分燃烧不完全,灰分结果偏低;温度过高会造成无机成分挥发,结果偏高;升温速率过快易产生爆燃,导致样品飞溅,影响测定准确性。(2)氧气流量与恒温时间的优化试验:在初步确定的灰化温度和升温速率范围内,设置不同氧气流量(0.5L/min、1.0L/min、1.5L/min、2.0L/min)和恒温时间(60min、90min、120min、150min),探究其对灰分测定结果的影响。结果表明,适宜的氧气流量可促进有机成分充分燃烧,恒温时间不足会导致灰化不彻底,最终确定氧气流量1.0L/min、恒温时间120min为优化参数^[3]。(3)优化后方法与国标方法的对比验证:采用优化后方法和国标方法(GB/T30732-2014)对5组不同焦炭、炼焦煤、喷煤样品进行灰分测定,计算两种方法的测定结果差值及RSD。结果显示,两种方法测定结果差值 ≤ 0.15%,优化后方法RSD低于国标方法,表明优化后方法准确度高、稳定性好,可替代国标方法用于工业批量检测。

2.3 挥发分测定方法优化与试验

(1)热解温度、恒温时间的优化试验:固定样品用量、氮气流量等参数,设置热解温度(800℃、850℃、900℃、950℃)和恒温时间(3min、5min、7min、9min)进行单因素试验。结果表明,热解温度和恒温时间直接影响焦炭、炼焦煤、喷煤挥发分的析出效率,温度过低、

时间不足会导致挥发分未完全析出,结果偏低;温度过高、时间过长会造成固定碳分解,结果偏高,初步筛选出适宜参数范围^[4]。(2)氮气流量对挥发分测定结果的影响:在优化的热解温度和恒温时间基础上,设置不同氮气流量(0.8L/min、1.2L/min、1.6L/min、2.0L/min),探究其对挥发分测定结果的影响。氮气的作用是隔绝空气,防止样品氧化,流量过低无法有效隔绝空气,流量过高会带走部分热量,影响热解效率,最终确定氮气流量1.2L/min为最佳参数。(3)优化后方法的精密性与准确度验证:采用最佳参数组合,对标准样品和焦炭、炼焦煤、喷煤实际样品进行测定,计算精密性(RSD)和准确度(回收率)。结果显示,标准样品回收率在99.5%~100.5%之间,实际样品测定RSD ≤ 0.35%,表明优化后方法精密性和准确度均满足工业检测标准。

2.4 多指标联合测定的协同优化

(1)水分、灰分、挥发分联合测定的流程优化:结合单一指标优化参数,整合测定流程,避免重复操作,实现焦炭、炼焦煤、喷煤样品一次称量、连续测定三个指标。优化后流程为:样品称量后先按水分优化参数完成水分测定,无需取出样品,直接调整仪器参数,依次完成灰分、挥发分测定,减少样品转移过程中的误差和时间消耗。(2)联合测定与单独测定的结果对比分析:选取10组不同焦炭、炼焦煤、喷煤样品,分别采用联合测定方法和单独测定方法进行检测,对比两种方法的测定结果。结果显示,两种方法测定结果差值均在允许误差范围内,RSD无显著差异,表明联合测定方法不影响检测准确性,可实现多指标同步检测。(3)联合测定的效率提升验证:统计联合测定与单独测定单一样品的耗时,对比分析效率提升情况。结果表明,单独测定三个指标平均耗时180min,联合测定平均耗时95min,效率提升约47%,大幅缩短了检测周期,降低了人力成本,适用于工业大批量焦炭、炼焦煤、喷煤样品的快速检测^[5]。

3 测定结果分析与讨论

3.1 测定结果的准确性分析

(1)优化后方法与国标经典方法的测定结果对比:选取8组不同焦炭、炼焦煤、喷煤样品,分别用优化后方法与国标方法(GB/T30732-2014、GB/T1429-2025)测定水分、灰分、挥发分。结果显示,两种方法测定差值均在±0.15%以内,各指标相对误差均 ≤ 0.30%,表明优化后方法准确可靠,与国标方法一致性良好,可满足工业检测要求。(2)误差来源分析:仪器误差源于电子天平校准偏差、高温炉温场不均及气路流量不稳;操作误差来自焦炭、炼焦煤、喷煤样品预处理不规范、取样不

均及坩埚称量未冷却至室温；环境误差主要是实验室湿度波动，对水分测定影响尤为明显。（3）误差控制措施与改进建议：定期校准仪器，规范样品预处理和操作流程，控制实验室温湿度在 $20\pm 2^{\circ}\text{C}$ 、湿度 $50\pm 5\%$ ，加强操作人员培训，减少人为失误，确保测定精度。

3.2 测定结果的重复性与稳定性分析

（1）同一批次样品的重复测定结果分析：对同一批次焦炭、炼焦煤、喷煤样品用优化后方法进行6次平行测定，水分、灰分、挥发分的相对标准偏差（RSD）分别为 $0.12\%\sim 0.18\%$ 、 $0.15\%\sim 0.22\%$ 、 $0.20\%\sim 0.28\%$ ，均低于 0.30% ，表明方法重复性良好，数据波动小。（2）不同批次样品的稳定性测定结果分析：选取3个不同批次焦炭、炼焦煤、喷煤样品，在相同条件下测定，各指标 $\text{RSD} \leq 0.32\%$ ，测定结果偏差在允许范围内，说明方法对不同批次样品适应性强，稳定性良好。（3）仪器长期运行的稳定性验证：仪器连续运行72小时，每隔12小时用标准样品测定，仪器运行平稳，标准样品各指标 $\text{RSD} \leq 0.35\%$ ，表明仪器长期运行稳定，可满足大批量连续检测需求。

3.3 影响测定结果的关键因素讨论

（1）样品粒度、取样量对测定结果的影响：焦炭、炼焦煤、喷煤样品粒度过大或不均匀，会导致组分析出不完全、取样偏差，影响结果准确性；取样量过少放大称量误差，过多延长反应时间，适宜取样量 $0.5\sim 1.0\text{g}$ ，粒度控制在 0.2mm 以下。（2）仪器参数设定对测定精度的影响机制：干燥、灰化、热解温度及恒温时间决定组分反应程度，参数偏差会造成系统性误差；气路流量不稳定破坏反应环境，合理设定参数是保证测定精度的核心。（3）环境因素（温度、湿度）的影响与控制方法：环境温湿度波动会导致样品吸潮或水分挥发，影响测定结果。通过恒温恒湿设备控制实验室温湿度，可有效降低环境干扰。

3.4 方法的适用性分析

（1）优化方法在焦炭、炼焦煤、喷煤中的适用性验证：选取不同品级焦炭、炼焦煤、喷煤样品测定，各指标 $\text{RSD} \leq 0.33\%$ ，回收率 $99.4\%\sim 100.6\%$ ，表明方法适用性良好，可精准检测三类材料指标。（2）与其他全自动测定方法的对比优势：相较于传统方法，优化后方法整合多指标联合测定流程，效率提升 45% 以上，测定精度更高，操作更简便，无需频繁转移样品，仪器运行成本更低。（3）方法的推广应用价值分析：该方法准确、高效、稳定，可广泛应用于焦化、冶金行业焦炭、炼焦煤、喷煤的常规检测，能满足大批量样品快速检测需求，有助于提升质量控制效率、降低成本，具有较高推广价值。

结束语

本文围绕全自动工业分析仪测定工业材料水分、灰分、挥发分的方法展开系统研究，通过参数优化、流程整合及多组试验验证，构建了精准高效的测定方法，解决了传统方法耗时久、误差大的问题。研究表明，优化后方法各项性能均符合工业检测标准，可实现多指标联合快速测定，显著提升检测效率与质量。后续可进一步拓展方法适用范围、优化仪器调试流程，为工业材料检测提供更完善技术支持，助力相关行业高质量发展。

参考文献

- [1]刘建宏.温度场分布对煤炭挥发分测定结果的影响研究[J].煤质技术,2020,39(5):42-47.
- [2]陈思雅.工业分析条件对煤炭挥发分测定精度的实验分析[J].煤炭科学与技术,2021,49(3):85-91.
- [3]孙志鹏.提高煤质分析准确性的加热系统优化方法研究[J].能源化学报,2022,43(6):58-64.
- [4]刘兵.关于测定煤水分、灰分、挥发分的体会[J].科技资讯,2021,12(13):83-86.
- [5]张秀云.如何提高煤的工业分析中灰分和挥发分测定的准确度[J].黑龙江科技信息,2023,(35):66-69.