



(12)发明专利申请

(10)申请公布号 CN 107328882 A

(43)申请公布日 2017. 11. 07

(21)申请号 201710747347.6

(22)申请日 2017.08.25

(71)申请人 中国石油大学(华东)

地址 266580 山东省青岛市经济技术开发区
区长江西路66号中国石油大学(华东)

(72)发明人 卢磊 赵东风 郑临奥

(74)专利代理机构 青岛联信知识产权代理事务
所(普通合伙) 37227

代理人 苗彩娟

(51)Int.Cl.

G01N 30/02(2006.01)

G01N 30/72(2006.01)

G05D 23/19(2006.01)

G01N 33/22(2006.01)

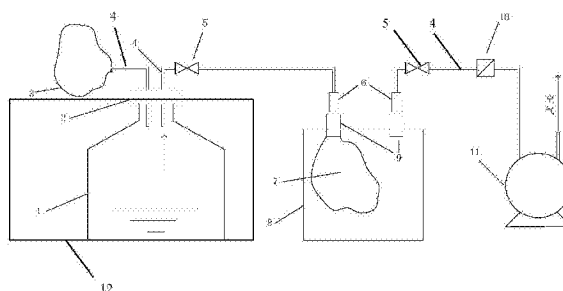
权利要求书1页 说明书6页 附图4页

(54)发明名称

煤挥发性及挥发成分测定装置及测定方法

(57)摘要

本发明涉及煤挥发性及挥发成分测定装置，它包括密闭的第一箱体，第一箱体内设有用于存放待测样品的密闭的容器，容器通过连接管与位于第一箱体外的气相平衡袋相连，容器通过连接管还与采样袋相连；采样袋位于第二箱体内，第二箱体通过连接管与负压泵相连；容器与采样袋和所述的第二箱体与负压泵之间的连接管上分别设有阀门；第一箱体设有恒温控制装置。通过密闭的空间，在排除外界干扰的情况下，模拟煤炭的挥发情况，并且对挥发的气体进行采集检测，得到煤挥发性气体的种类及其含量，检测结果准确可靠，为优化储煤的条件提供理论依据，从而降低煤挥发对空气造成的污染情况。本装置结构简单，操作方便，值得推广。



1. 煤挥发性及挥发成分测定装置, 其特征在于: 它包括密闭的第一箱体(12), 所述的第一箱体(12)内设有用于存放待测样品的密闭的容器(1), 所述的容器(1)通过连接管(4)与位于第一箱体(12)外的气相平衡袋(3)相连, 所述的容器(1)通过连接管(4)还与采样袋(7)相连; 所述的采样袋(7)位于第二箱体(8)内, 所述的第二箱体(8)通过连接管(4)与负压泵(11)相连; 所述的容器(1)与采样袋(7)和所述的第二箱体(8)与负压泵(11)之间的连接管(4)上分别设有阀门(5); 所述的第一箱体(12)设有恒温控制装置。

2. 根据权利要求1所述的煤挥发性及挥发成分测定装置, 其特征在于: 所述的恒温控制装置包括位于第一箱体(12)外部的控制器(15), 以及与控制器(15)相连、且位于第一箱体内部的恒温装置(16)和温度监测装置(13)。

3. 根据权利要求2所述的煤挥发性及挥发成分测定装置, 其特征在于: 所述的恒温控制装置还包括位于第一箱体(12)内部的风扇。

4. 根据权利要求3所述的煤挥发性及挥发成分测定装置, 其特征在于: 所述的第一箱体(12)设有操作口(17)。

5. 根据权利要求4所述的煤挥发性及挥发成分测定装置, 其特征在于: 所述的第一箱体(12)设有可视窗(14)。

6. 根据权利要求1所述的煤挥发性及挥发成分测定装置, 其特征在于: 所述的第二箱体(8)与负压泵(11)之间的连接管(4)上设有过滤器(10)。

7. 一种利用如权利要求1-6任意一项所述的煤挥发性及挥发成分测定装置进行测定的方法, 其特征在于: 包括如下步骤:

A、打开操作口, 将待测样品放置容器(1)内, 关闭操作口(17)确保其不透气;

B、连接管路;

C、关闭阀门(5), 使用控制器(15)设定第一箱体(12)内的温度值, 打开风扇使其旋转, 确保第一箱体(12)内的温度均匀;

D、按照设计的采样方案, 在设计的采样时间开启负压泵(11)及阀门(5)进行采样, 采样完毕后迅速关闭负压泵(11)及阀门(5);

E、将采集到的气体样品经过气相色谱质谱联用仪进行测定。

煤挥发性及挥发成分测定装置及测定方法

技术领域

[0001] 本发明涉及化学检测设备领域,具体的说是一种煤挥发性及挥发成分测定装置及测定方法。

背景技术

[0002] 挥发性有机物(VOCs)是大气PM_{2.5}和O₃的重要前体物,危害人类的身体健康。

[0003] 中国能源结构以煤炭使用为主,煤在使用周期内缓慢释放VOCs。不同种类的煤,其元素组成不同,挥发的VOCs成分含量也不尽相同。研究温度、煤量等因素对煤VOCs挥发的影响,对优化储煤条件具有重要意义。而国内外鲜有对此的研究。

发明内容

[0004] 根据上述不足之处,本发明涉及一种煤挥发性及挥发成分测定装置及测定方法。通过此装置,可以很好的模拟煤炭挥发的情况,以及可以对不同条件下煤炭的挥发成分进行检测,可以优化储煤条件,降低有害成分的挥发。

[0005] 为实现上述目的,本发明的技术方案在于:煤挥发性及挥发成分测定装置,它包括密闭的第一箱体,第一箱体内设有用于存放待测样品的密闭的容器,容器通过连接管与位于第一箱体外的气相平衡袋相连,容器通过连接管还与采样袋相连;采样袋位于第二箱体内,第二箱体通过连接管与负压泵相连;容器与采样袋和所述的第二箱体与负压泵之间的连接管上分别设有阀门;第一箱体设有恒温控制装置。

[0006] 优选的是:恒温控制装置包括位于第一箱体外部的控制器,以及与控制器相连、且位于第一箱体内部的恒温装置和温度监测装置。

[0007] 优选的是:恒温控制装置还包括位于第一箱体内部的风扇。

[0008] 优选的是:第一箱体设有操作口。

[0009] 优选的是:第一箱体设有可视窗。

[0010] 优选的是:第二箱体与负压泵之间的连接管上设有过滤器。

[0011] 本发明还提供一种利用煤挥发性及挥发成分测定装置进行测定的方法,包括如下步骤:

[0012] A、打开操作口,将待测样品放置容器内,关闭操作口确保其不透气;

[0013] B、连接管路;

[0014] C、关闭阀门,使用控制器设定第一箱体内的温度值,打开风扇使其旋转,确保第一箱体内的温度均匀;

[0015] D、按照设计的采样方案,在设计的采样时间开启负压泵及阀门进行采样,采样完毕后迅速关闭负压泵及阀门;

[0016] E、将采集到得气体样品经过气相色谱质谱联用仪进行测定。

[0017] 本发明的有益效果在于:通过密闭的空间,在排除外界干扰的情况下,模拟煤炭的挥发情况,并且对挥发的气体进行采集检测,得到煤挥发性气体的种类及其含量,检测结果

准确可靠,为优化储煤的条件提供理论依据,从而降低煤挥发对空气造成的污染情况。本装置结构简单,操作方便,值得推广。

附图说明

[0018] 图1是本发明的结构示意图;

[0019] 图2是本发明的第一箱体的结构示意图;

[0020] 图3是本发明的煤挥发曲线;

[0021] 图4是本发明的煤挥发分对NMHC排放量的影响;

[0022] 图5是本发明的储存温度对NMHC浓度的影响;

[0023] 图6是本发明的喷淋对NMHC浓度的影响;

[0024] 图7是本发明的储煤量对NMHC总量的影响。

[0025] 图中,1-容器;2-橡胶塞;3-气相平衡袋;4-连接管;5-阀门;6-快速连接头阳极;7-采样袋;8-第二箱体;9-快速连接头阴极;10-过滤器;11-负压泵;12-第一箱体;13-温度监测装置;14-观察窗;15-控制器;16-恒温装置;17-操作口。

具体实施方式

[0026] 下面结合具体实施例对本发明做进一步说明。

[0027] 如图1所示的煤挥发性及挥发成分测定装置,它包括密闭的第一箱体12,第一箱体12内设有用于存放待测样品的密闭的容器1,容器1通过连接管4与位于第一箱体12外的气相平衡袋3相连,容器1通过连接管4还与采样袋7相连;采样袋7位于第二箱体8内,第二箱体8通过连接管4与负压泵11相连;容器1与采样袋7和所述的第二箱体8与负压泵11之间的连接管4上分别设有阀门5;第一箱体12设有恒温控制装置。

[0028] 容器1可以是玻璃材质的试剂瓶,便于热量的传导,确保容器11内的温度能在最短的时间内与第一箱体12内的温度保持一致,确保试验的准确性。容器1与连接管4直接可以通过橡胶塞2进行连接,确保容器1的密闭性。连接管4与第一箱体12之间也可以通过橡胶塞2进行连接,确保第一箱体12的密闭性,保证试验温度的恒定,确保试验的准确性。

[0029] 连接管4伸入容器1内的长度不可太深,仅伸入容器口位置即可。这样可以将容器内的挥发的气体较为全面的进行采集。

[0030] 通过第二箱体8与负压泵11相连,当开启负压泵11的时候,通过负压的原理,使得容器1内的气体全部快速的进入采样袋7内,避免仅能采集容器1内部分气体,避免采样的不准确性从而影响检测结果,且可以防止采样袋内的待测气体再次返回到容器内。

[0031] 将采样袋7与容器1之间的连接管4称为第一连接管,将第二箱体8与负压泵11之间的连接管4称为第二连接管。第一连接管与采样袋之间和第二箱体与第二连接管之间通过快速接头相连,确保连接的方便性。快速接头分为阴极和阳极,即快速连接头阴极9和快速连接头阳极6。其中,快速连接头阴极9位于第二箱体上,快速连接头阳极6位于连接管路上。

[0032] 作为一种优选的实施例,恒温控制装置包括位于第一箱体12外部的控制器15,以及与控制器15相连、且位于第一箱体12内部的恒温装置16和温度监测装置13。

[0033] 恒温控制装置用于确保第一箱体12内以及容器1内的温度达到并恒定在设定的试验温度。恒温装置16用于改变第一箱体12中介质的温度,其中,介质优选为空气。温度监测

装置13用于测定第一箱体12中空气的温度信号,并发出给控制器15,控制器15将收到的温度信号与预设温度值比较,如果高于预设温度值,则发出降温控制指令给恒温装置,如果低于预设的温度值,则发出升温控制指令给恒温装置,恒温装置根据控制指令运行,使得第一箱体内的空气温度保持在预设的温度。

[0034] 恒温装置16设置在第一箱体12的内部,优选为第一箱体12内部的下方,由于热量容易往上部跑,所以恒温装置16可以设置在下方,有利于温度的传导均匀。

[0035] 作为一种优选的实施例,恒温控制装置还包括位于第一箱体12内部的风扇。通过此风扇,可以将第一箱体12内的空气介质进行混合均匀,使得第一箱体12内各个位置的温度均匀且恒定,确保容器1内的温度均匀且恒定。风扇的转轴由电机驱动旋转。

[0036] 作为一种优选的实施例,第一箱体12设有操作口17。通过操作口17,实验人员可以将待测样品放置容器1内,试验结束后将待测样品从容器1内取出,再者还可以对容器进行清洁处理,排除上一待测样品残留对于下一待测样品试验的影响。

[0037] 操作口17与第一箱体12之间设置密封圈,以确保第一箱体12的密封性,密封圈可以选择硅胶密封圈。

[0038] 作为一种优选的实施例,第一箱体12设有可视窗14。通过可视窗14可以观察第一箱体12内的情况,便于及时调节。

[0039] 作为一种优选的实施例,第二箱体8与负压泵11之间的连接管4上设有过滤器10。过滤器10可以对负压泵起到一定的保护作用。

[0040] 本发明还提供一种利用煤挥发性及挥发成分测定装置进行测定的方法,包括如下步骤:

[0041] A、打开操作口17,将待测样品放置容器1内,关闭操作口17确保其不透气;

[0042] B、连接管路;

[0043] C、关闭阀门5,使用控制器15设定第一箱体12内的温度值,打开风扇使其旋转,确保第一箱体12内的温度均匀;

[0044] D、按照设计的采样方案,在设计的采样时间开启负压泵11及阀门5进行采样,采样完毕后迅速关闭负压泵11及阀门5;

[0045] E、将采集到的气体样品经过气相色谱质谱联用仪进行测定。

[0046] 测定实施例

[0047] 煤样选择与处理

[0048] 实验原料选自某煤制烯烃企业煤仓煤样品(鄂尔多斯烟煤),按照《煤的工业分析方法GB/T 212-2008》进行煤质分析,结果见表1。选取煤样均匀等量分成三份,经称量后分别放入三个相同的10L广口瓶(即容器),使煤块均匀自然分布,料位处于80%。装煤口使用胶塞密封并安装采样管,置入恒温箱即第一箱体中,恒温20℃。

[0049] 表1鄂尔多斯烟煤煤质分析

煤样	工业分析/%			元素分析/%				
	水分 Mad	灰分 Aad	挥发分 Vad	碳 Cad	氢 Had	氮 Nad	氧 Oad	硫 St,ad
鄂尔多斯烟煤	10.13	11.70	36.90	76.87	3.72	0.98	17.09	0.90

[0050]

[0051] 气样采集

[0052] 使用负压泵即电动抽气泵 (3L/min) 将第二箱体 (3L) 抽真空后, 利用负压效果收集第一箱体的容器内气体。气样保存到化学惰性优良的Tedlar PVF采样袋中, 避光储存, 并于6h内分析。

[0053] 样品分析

[0054] 使用NMHC浓度估算煤储存过程VOCs排放量。

[0055] NMHC的测定方法参照《HJ 38-1999固定污染源排气中非甲烷总烃的测定气相色谱法》, 分析仪器选用配FID检测器的GC9797-II 气象色谱仪。使用不锈钢空白柱测定气袋样品中的总烃浓度, 使用GDX-502型填充柱测定气样中甲烷的浓度, 同时以除烃空气求氧的空白值, 扣除总烃色谱峰中氧峰的干扰。样品非甲烷总烃浓度 (以CH₄计) 为总烃与甲烷浓度之差。

[0056] 色谱条件: 氮气流量: 空柱30mL/min, 填充柱30mL/min, 空气流量: 300mL/min, 氢气流量: 30mL/min。进样器温度120℃, 柱温80℃, 检测器FID温度150℃。

[0057] 每3h取样一次, 分析三套装置NMHC浓度变化, 以NMHC平均值绘制煤挥发曲线, 详见表2、图2。

[0058] 表2样品NMHC浓度测定结果

挥发时间 (h)	0	3	6	9	12	15	18	21	24	48	72
NMHC 浓 度 (mg/m ³)	0	549	937	1406	1675	1843	2012	2081	2149	2253	2370

[0060] 结合图表可以看出, NMHC浓度随时间增加。最初3h, 煤的挥发速率最快, 此后3-12h保持较快的挥发速度。此后, 由于NMHC的累积抑制了煤中有机物的挥发, 挥发速率逐渐减缓。从挥发曲线可知, 在24h后接近挥发平衡, 浓度增长极其缓慢。

[0061] 假定煤仓进料与出料速度相同, 仓内料位稳定。由于煤仓设有通风系统, 空气流动带走煤挥发的VOCs, 维持了挥发动力, 故假设煤以最高速率挥发。经计算得, 煤仓内每吨煤VOCs挥发速率为 6.238×10^{-5} kg/h。建立煤储存源项VOCs挥发量排放系数法, 详见公式 (1)。

[0062] $E_{\text{煤}} = EF \times Q \times H \times 10^{-3}$ (1)

[0063] 式中:

[0064] $E_{\text{煤}}$ ——煤仓VOCs年排放量, t/a;

[0065] EF ——烟煤排放系数, 6.238×10^{-5} kg/t h;

[0066] Q ——煤仓煤量, t;

[0067] H ——煤仓年运行时长, h/a。

[0068] 煤储存过程排放量影响因素分析

[0069] (1) 煤的种类

[0070] 选取晋城无烟煤、神木半烟煤、鄂尔多斯烟煤、胜利褐煤为实验样品, 煤质分析见表3。等量称取四种煤分别放入相同四套实验装置, 恒温20℃避光储存24h。使用气袋采样, 分别测定四种煤NMHC挥发浓度, 如图3所示。

[0071] 表3实验煤样分析

	煤样	工业分析/%		
		水分 Mad	灰分 Aad	挥发分 Vad
[0072]	晋城无烟煤	2.3	25.9	3.7
	神木半烟煤	8.5	32.5	13.2
	鄂尔多斯烟煤	10.1	11.7	36.9
	胜利褐煤	19.6	17.1	43.8

[0073] 挥发分是煤分类的重要指标,反映了煤的变质程度。从图3中可以看出,煤储存过程中非甲烷总烃浓度与挥发分含量具有极强相关性,NMHC浓度随挥发分含量增加而增加。推测其主要因为煤种挥发分含量越高,可挥发的有机物越多,因此NMHC浓度随之增大。

[0074] (2) 储存温度

[0075] 以鄂尔多斯烟煤为例,各装置煤量相同,控制恒温箱温度在0、20、40、60℃,24h后采样分析,研究储存温度对NMHC浓度的影响,二者关系如图4所示。

[0076] 从图4中可知,煤储存过程NMHC与温度呈正相关关系。0℃低温对NMHC挥发抑制明显,主要因为NMHC为煤中有机物受热分解产生,温度越高,有机生成速率越快,因此温度为影响煤VOCs排放量的关键因素。

[0077] (3) 空气湿度

[0078] 选取鄂尔多斯烟煤为样品,向容器内喷淋200ml水,20℃恒温密闭储存24h,24h后取样分析,探究湿度对煤挥发量的影响。由图5可知,喷淋水可增加空气湿度,对煤挥发具有抑制作用,但作用有限。

[0079] (4) 储煤量

[0080] 选取鄂尔多斯烟煤为样品,改变实验装置煤量,分析20%、30%、40%、50%、60%、70%、80%料位时NMHC挥发总量情况。各装置避光置于20℃恒温箱,24h后采样分析,结果见图6。从图6中可知,随着实验装置中煤量的递增,煤炭非甲烷总烃挥发量随之增加,NMHC总量与煤量近似为线性相关。

[0081] (5) 煤堆表面积

[0082] 选取鄂尔多斯烟煤为样品,选取四份等量样品放入四套实验装置中,不同装置煤堆表面积不同。将四套装置放入20℃恒温箱避光保存,24h后使用气袋采样,分析煤堆表面积对煤储存挥发量的影响,结果见表4。由表可知,改变煤堆表面积,NMHC浓度在正常范围内波动,无明显变化。因此推断,煤堆表面积对VOCs的产生无明确影响。

[0083] 表4煤堆表面积对NMHC浓度的影响

	装置代号	煤堆表面积 (cm ²)	NMHC 浓度 (mg/m ³)
[0084]	1	452	403.19
	2	315	378.32
	3	620	426.33
	4	113	409.50

[0085] 整个装置设置密闭的第一箱体,使得整个测定操作过程在密闭箱体内进行,避免了外界的干扰;设置了控制测定时温度的装置,保证了温度恒定以及可控,风扇保证了温度均匀,使得检测结果更加准确,通过气相色谱质谱联用仪可检测煤挥发气体的种类及其含量。

[0086] 本装置可以设定模拟的条件,通过测定挥发的数据得出影响煤挥发的影响因素,本装置模拟效果好,模拟结果准确,可以在此基础上给大型储煤提供优化条件的理论依据。

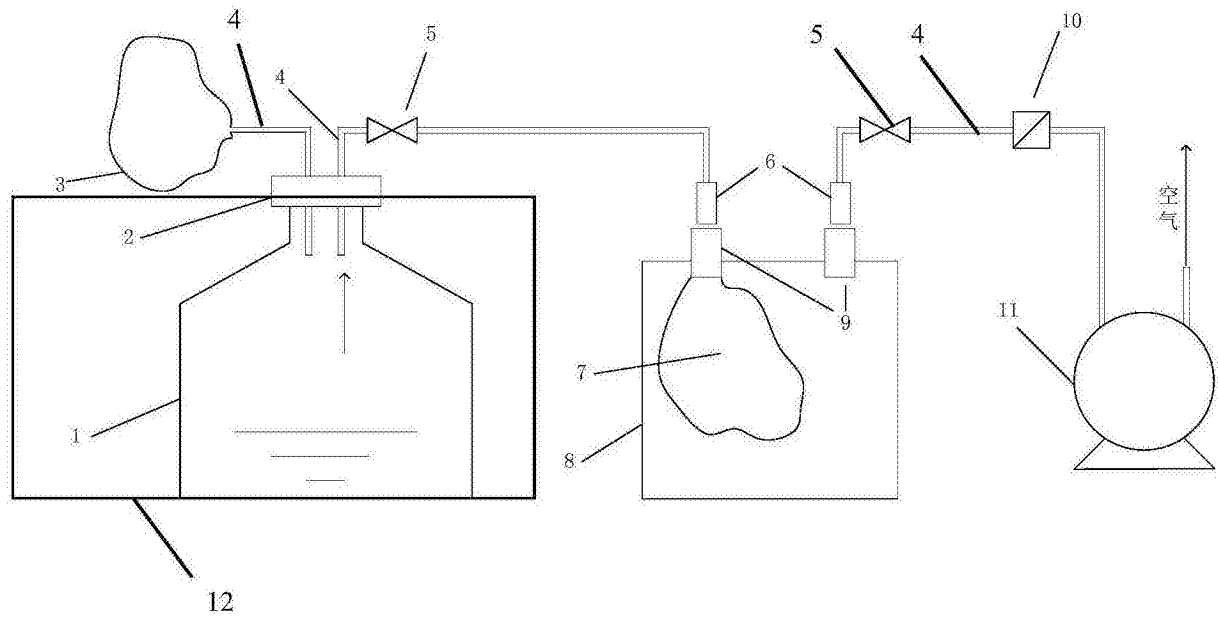


图1

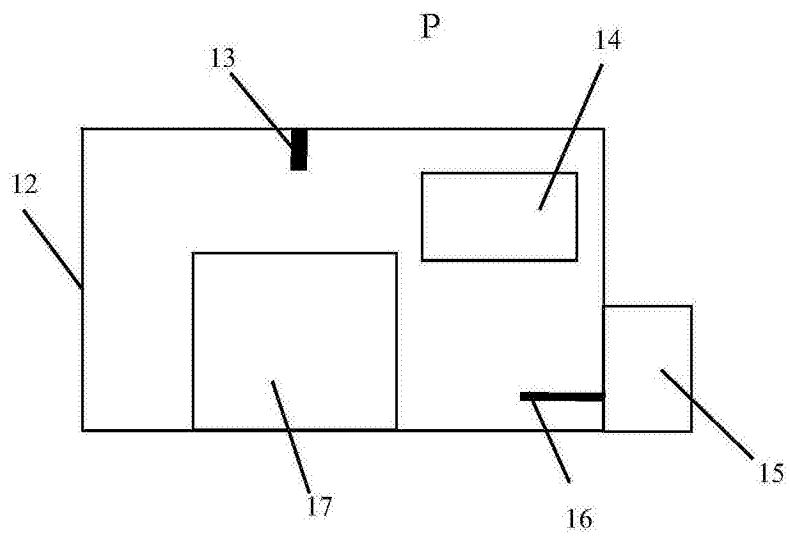


图2

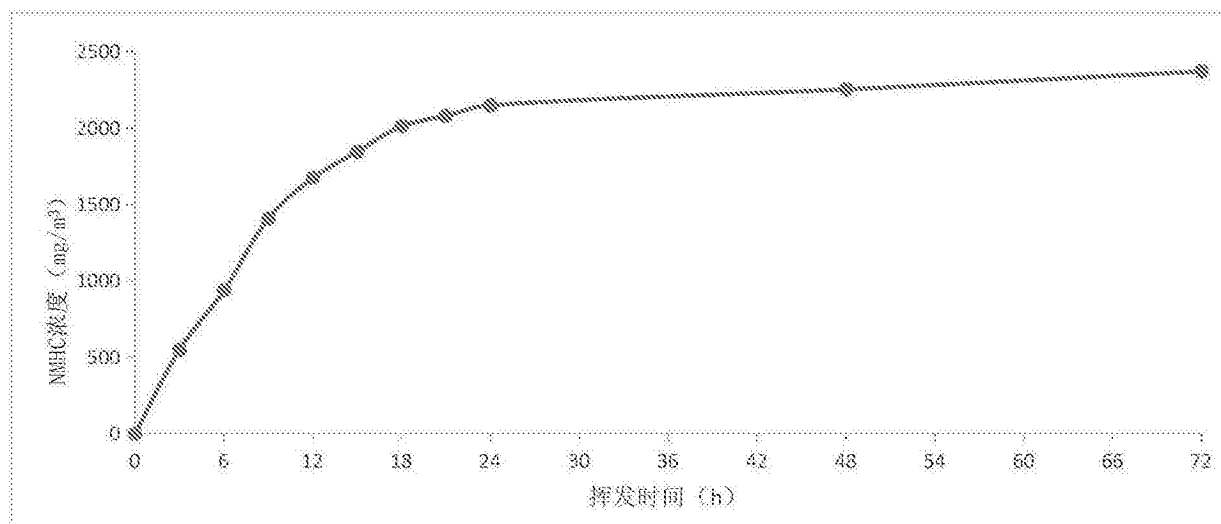


图3

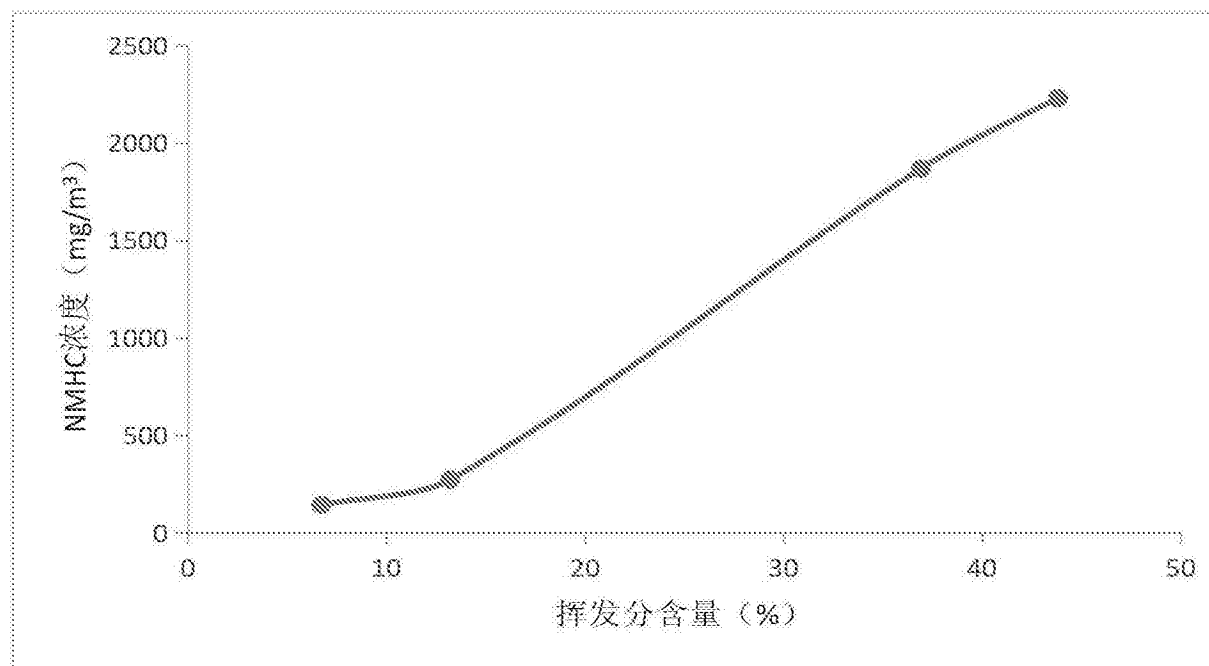


图4

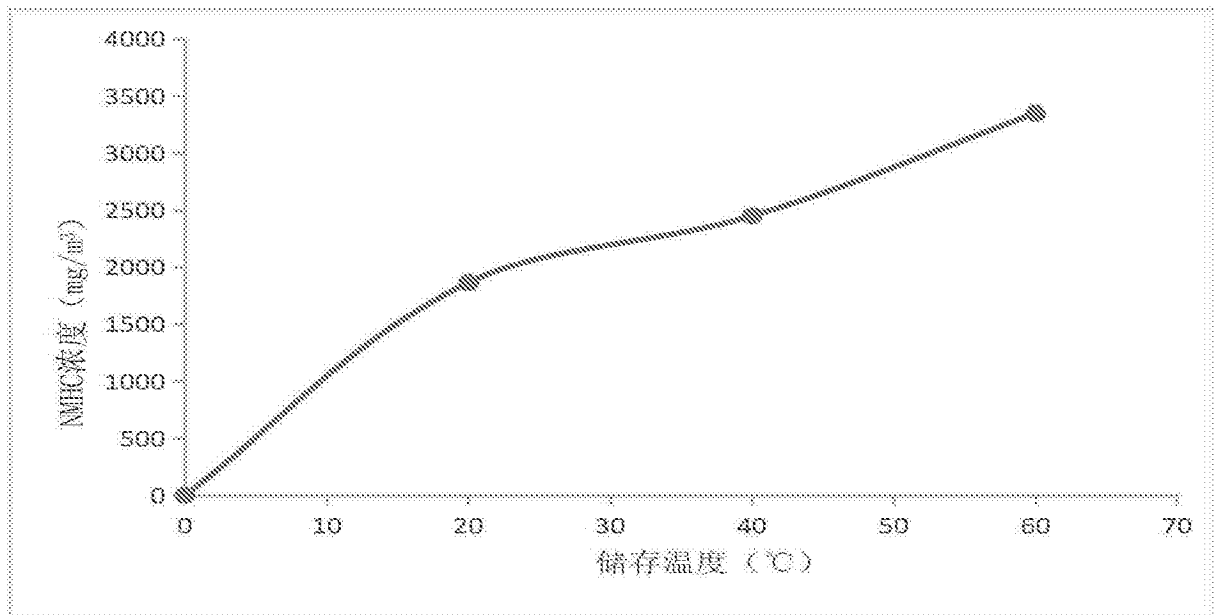


图5

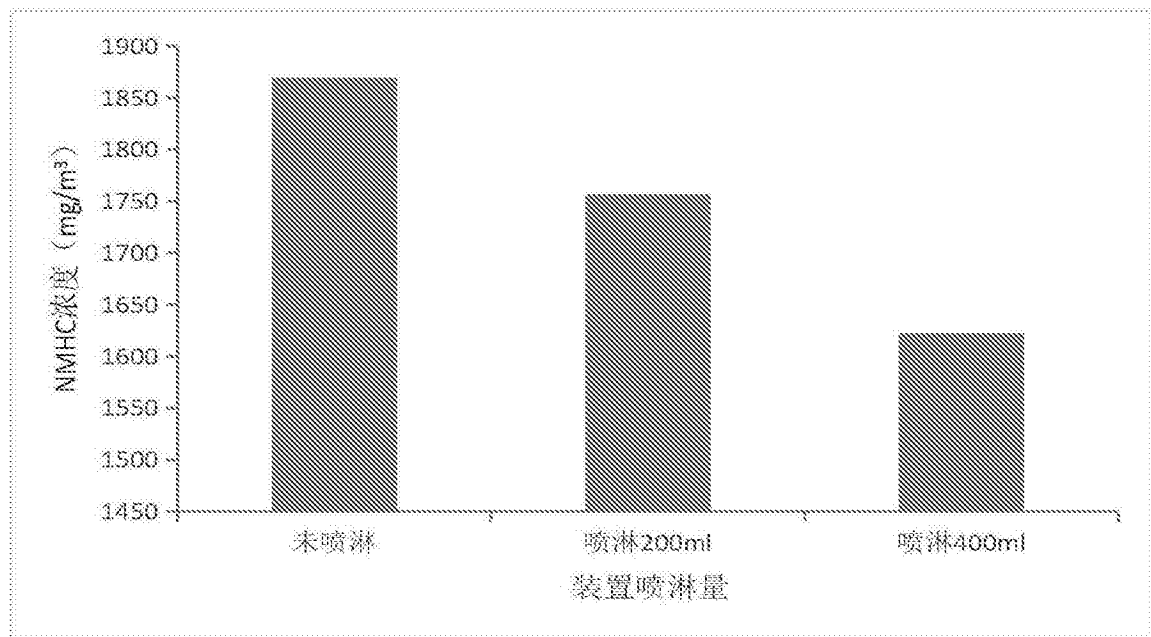


图6

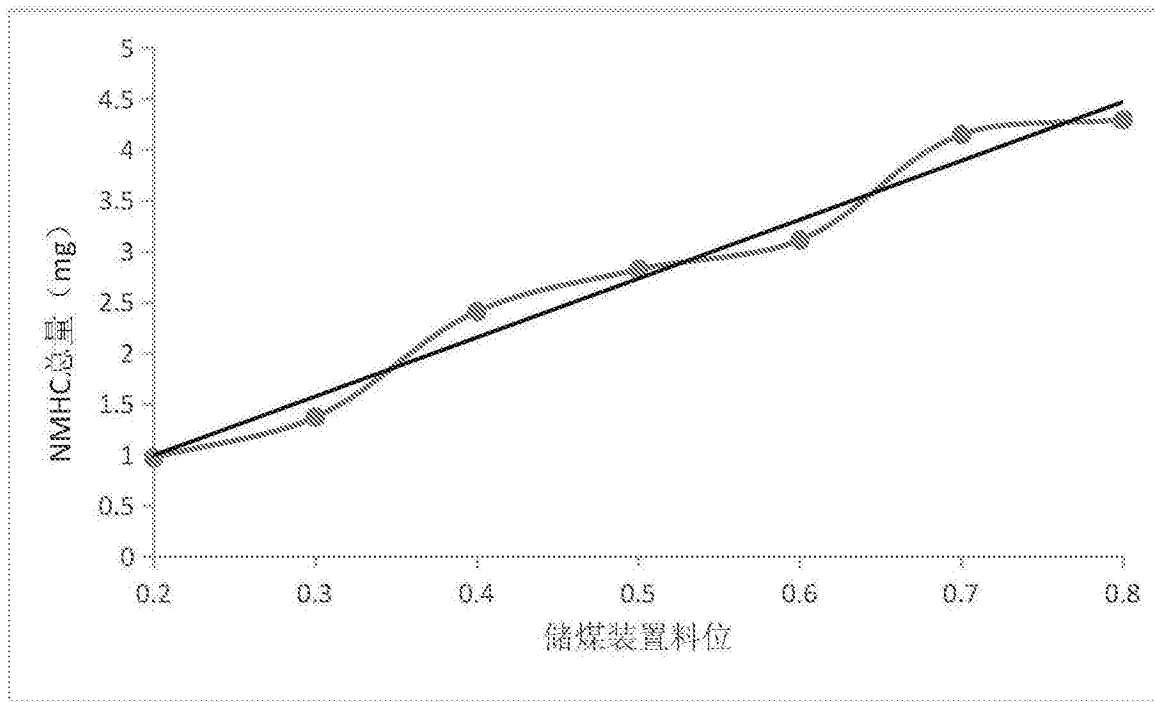


图7