

中华人民共和国国家标准

GB/T 30732—2014

煤的工业分析方法 仪器法

Proximate analysis of coal—Instrumental method

2014-06-09 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法提要	1
4 试剂和材料	1
5 仪器设备	2
6 测定程序	3
7 结果计算	4
8 方法精密度	5
9 试验报告	5
附录 A (资料性附录) 几种自动工业分析仪结构示意图	6
附录 B (资料性附录) 浮力效应校正	9

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口(SAC/TC 42)。

本标准起草单位:煤炭科学研究总院检测研究分院、湖北省电力公司电力科学研究院、长沙开元仪器股份有限公司、湖南三德科技发展有限公司。

本标准主要起草人:王秋湘、李宏图、张太平、文胜、吴汉炯。

煤的工业分析方法 仪器法

1 范围

本标准规定了使用自动工业分析仪测定煤的水分、灰分和挥发分的方法提要、试剂和材料、仪器设备、测定步骤、结果计算、精密度以及固定碳的计算等。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 212 煤的工业分析方法

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

3 方法提要

3.1 水分测定

称取一定量的分析试验煤样,于加热炉内、在 105℃~110℃下于空气或氮气流中干燥到质量恒定,根据煤样的质量损失计算煤样的水分质量分数。

3.2 灰分测定

称取一定量的分析试验煤样,于加热炉内、按规定的程序加热至(815±10)℃,并在此过程中于空气或氧气流中灰化并灼烧至质量恒定,根据残留物的质量计算煤样的灰分质量分数。

3.3 挥发分测定

称取一定量的分析试验煤样,于加热炉内、在(900±10)℃下隔绝空气加热 7 min,以减少的质量占煤样质量的质量分数,减去该煤样的水分质量分数作为煤样的挥发分质量分数。

4 试剂和材料

4.1 氮气:纯度 99.9%。

4.2 氧气:99.9%,不含氢。

4.3 无水氯化钙:化学纯,粒状。

4.4 变色硅胶:工业用品。

4.5 坩埚:水分和灰分测定用,瓷或石英制,有足够的底面积,能保证在煤样摊平后每平方厘米的煤样质量不超过 0.15 g。

4.6 挥发分坩埚:瓷或石英制,配有严密的盖,形状和尺寸符合 GB/T 212 要求。

4.7 有证煤标准物质:国家一级煤物理特性和化学成分分析标准物质。

5 仪器设备

5.1 自动工业分析仪

5.1.1 总则

自动工业分析仪应包括高温炉、内置天平、试样承接和传送装置、温度测控和显示系统、炉膛气氛控制系统、结果显示和打印装置等。附录 A 给出了几种自动工业分析仪结构示意图。自动工业分析仪应在每次试验中,以打印或以其他方式记录并给出空坩埚质量、煤样质量、热态坩埚质量和浮力效应校正值等详细信息。

5.1.2 高温炉

5.1.2.1 水分测定炉:能控温在 $105\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$,有足够的恒温区,有较小的炉膛自由空间和通气、排气口。恒温区至少每年测定一次。

5.1.2.2 灰分测定炉:能控温在 $(815\pm 10)^{\circ}\text{C}$,有足够的恒温区,有较小的炉膛自由空间和通气、排气口。能按规定的程序加热。恒温区至少每年测定一次。

5.1.2.3 挥发分测定炉:能控温在 $(900\pm 10)^{\circ}\text{C}$,有足够的 $(900\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 的恒温区。炉子热容量为炉温在 $900\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 920\text{ }^{\circ}\text{C}$ 时放入室温下的坩埚和坩埚架后在 3 min 内恢复到 $(900\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 。需要时炉膛可通入惰性气体。恒温区至少每年测定一次。

5.1.3 温度测控和显示系统

能准确显示和控制炉膛温度,分辨率 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$,控温范围符合 5.1.2.1~5.1.2.3 的要求。至少每年检定/校准一次。

5.1.4 炉膛气氛控制系统

能以一定的速度往炉膛中通入气体,同时能将试验产生的气体产物排出炉膛。表 1 给出了测定水分、灰分和挥发分时通入气体的换气次数参考值。

表 1 测定水分、灰分和挥发分时通入气体的流量

测定项目	通入气体	换气次数/(次/h)
水分	氮气或空气	≥ 30
灰分	空气	≥ 60
	氧气	≥ 24
挥发分	氮气(适用时)	≥ 120

5.2 天平

最小分度值 0.1 mg 。

5.3 压饼机

螺旋式或杠杆式,能压制直径约为 10 mm 的煤饼。

5.4 干燥器

内装变色硅胶或无水氯化钙。

6 测定程序

6.1 总则

6.1.1 水分和灰分可用同一份试样、在同一加热炉中连续测定,也可用两份试样分别测定;挥发分应单独称样测定。

6.1.2 每次测定应同时用一个或多个空坩埚进行坩埚热态质量浮力效应校正。

注:浮力效应校正计算见附录 B。

6.1.3 试验过程中所有称量应称准至 0.000 2 g。

6.1.4 仪器操作按仪器使用说明书进行。

6.1.5 仪器应根据实际使用情况不定期用有证煤标准物质进行检查。

6.2 水分测定

6.2.1 在测定仪中,准确称量预先干燥至质量恒定的坩埚,向坩埚中加入 (1 ± 0.1) g 一般分析试验煤样,摊平并准确称量。

6.2.2 按 5.1.4 规定预先向加热炉通入空气或氮气(褐煤试样必须通入氮气),炉温缓慢升至 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 110\text{ }^{\circ}\text{C}$ 并恒定,仪器按设定的时间间隔自动进行称量,直至质量恒定(10 min 间隔下质量减少不超过 0.000 5 g)或质量增加时为止,在后一种情况下,采用质量增加前一次的质量为计算依据。

6.3 灰分测定

6.3.1 缓慢灰化法单独测定

6.3.1.1 在温度接近室温的环境中准确称量预先干燥至质量恒定的坩埚,向坩埚中加入 (1 ± 0.1) g 一般分析试验煤样,摊平并准确称量。

6.3.1.2 按 5.1.4 规定往炉中通入空气或氧气,在不少于 30 min 的时间内将炉温缓慢升至 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$,并在此温度下保持 30 min。继续升温到 $(815 \pm 10)^{\circ}\text{C}$,在此温度下将试样灼烧到质量恒定。以最后一次灼烧后残余物的质量进行计算。灼烧过程中,仪器按设定的时间间隔自动进行称量,直至 10 min 间隔下质量变化不超过 0.000 5 g 为止。

6.3.2 缓慢灰化法连续测定

水分测定完成后(见 6.2),按 6.3.1.2 步骤测定灰分。

6.3.3 快速测定

以煤样不发生爆燃的速度(升温时间不少于 30 min)将炉子快速升温至 $(815 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ 。除此之外,其余同 6.3.1.1 和 6.3.1.2。必要时应增大空气流量。

6.4 挥发分测定

6.4.1 在测定仪称量室中,准确称量预先干燥至质量恒定的坩埚,向坩埚中加入 (1 ± 0.01) g 一般分析试验煤样,摊平并准确称量。褐煤和长焰煤试样应先压成饼,然后切成约 3 mm 粒度的小块。

6.4.2 预先将高温炉加热至 $900\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 920\text{ }^{\circ}\text{C}$ (需要时可按 5.1.4 规定通入氮气保持炉内惰性气氛),试样

承接和传送装置将带盖坩埚送入高温炉恒温区,准确加热 7 min 后再送回称量室,冷却到设定温度后再称量。

6.4.3 挥发分坩埚放入高温炉后,炉温应在 3 min 内恢复到 $(900\pm 10)^{\circ}\text{C}$,此后保持在 $(900\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 否则此次试验作废。加热时间包括温度恢复时间在内。

7 结果计算

7.1 水分计算

按式(1)计算一般分析试验煤样的水分。

$$M_{\text{ad}} = \frac{m_0 + m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

M_{ad} ——一般分析试验煤样的水分质量分数,%;

m_0 ——室温下空坩埚质量,单位为克(g);

m_1 ——称取的一般分析试验煤样质量,单位为克(g);

m_2 ——加热后样品和坩埚质量(经浮力效应校正后的质量),单位为克(g)。

7.2 灰分计算

按式(2)计算煤样的空气干燥基灰分。

$$A_{\text{ad}} = \frac{m_3 - m_0}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

A_{ad} ——空气干燥基灰分的质量分数,%;

m_0 ——室温下空坩埚质量,单位为克(g);

m_1 ——称取的一般分析试验煤样质量,单位为克(g);

m_3 ——灼烧后残渣和坩埚的质量(经浮力效应校正后的质量),单位为克(g)。

7.3 挥发分计算

按式(3)计算煤样的空气干燥基挥发分。

$$V_{\text{ad}} = \frac{m_0 + m_1 - m_4}{m_1} \times 100 - M_{\text{ad}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

V_{ad} ——空气干燥基挥发分的质量分数,%;

m_0 ——室温下带盖空坩埚质量,单位为克(g);

m_1 ——称取的一般分析试验煤样质量,单位为克(g);

m_4 ——加热后残余物和坩埚质量(经浮力效应校正后的质量),单位为克(g)。

注:干燥无灰基挥发分及干燥无矿物质基挥发分计算见 GB/T 212。

7.4 固定碳计算

按式(4)计算煤样的空气干燥基固定碳。

$$FC_{\text{ad}} = 100 - M_{\text{ad}} - A_{\text{ad}} - V_{\text{ad}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

FC_{ad} ——空气干燥基固定碳的质量分数,%。

8 方法精密度

8.1 空气干燥基水分测定的重复性如表 2 规定。

表 2 空气干燥基水分测定的精密度

水分 $M_{ad}/\%$	重复性限/ $\%$
$M_{ad} < 5.00$	0.20
$5.00 \leq M_{ad} \leq 10.00$	0.30
$M_{ad} > 10.00$	0.40

8.2 灰分测定的重复性和再现性如表 3 规定。

表 3 灰分测定的精密度

灰分 $A_{ad}/\%$	重复性限(以 A_{ad} 表示)/ $\%$	再现性临界差(以 A_d 表示)/ $\%$
$A_{ad} < 15.00$	0.20	0.30
$15.00 \leq A_{ad} \leq 30.00$	0.30	0.50
$A_{ad} > 30.00$	0.50	0.70

8.3 挥发分测定的重复性和再现性如表 4 规定。

表 4 挥发分测定的精密度

挥发分 $V_{ad}/\%$	重复性限(以 V_{ad} 表示)/ $\%$	再现性临界差(以 V_d 表示)/ $\%$
$V_{ad} < 20.00$	0.30	0.50
$20.00 \leq V_{ad} \leq 40.00$	0.50	1.00
$V_{ad} > 40.00$	0.80	1.50

9 试验报告

试验结果报告应至少包括以下信息：

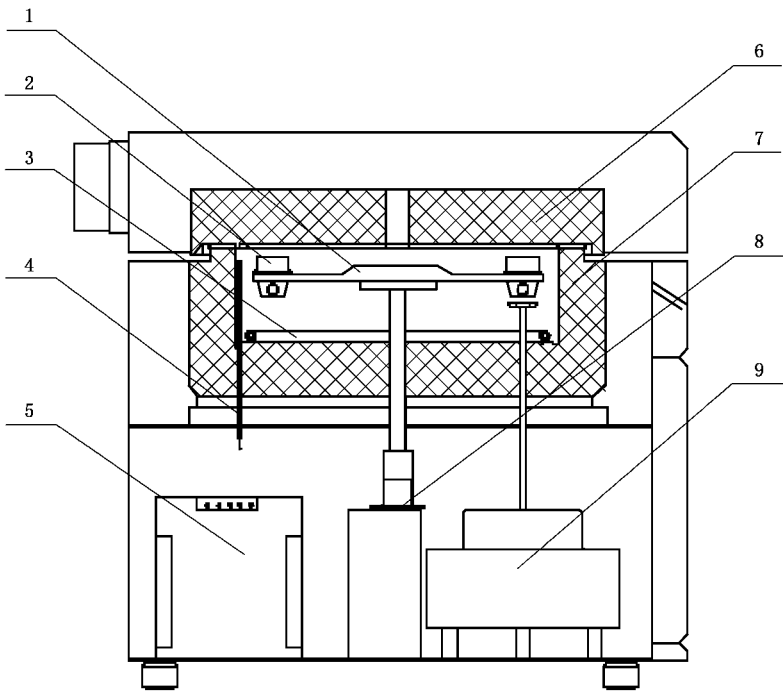
- 样品标识；
- 依据标准；
- 仪器设备；
- 试验结果；
- 测定人员和审核人员；
- 与标准的任何偏离；
- 试验中出现的异常现象；
- 试验日期。

附 录 A
(资料性附录)
几种自动工业分析仪结构示意图

A.1 卧式盆状炉型自动工业分析仪

A.1.1 水灰测定炉

水灰测定炉结构示意图见图 A.1。

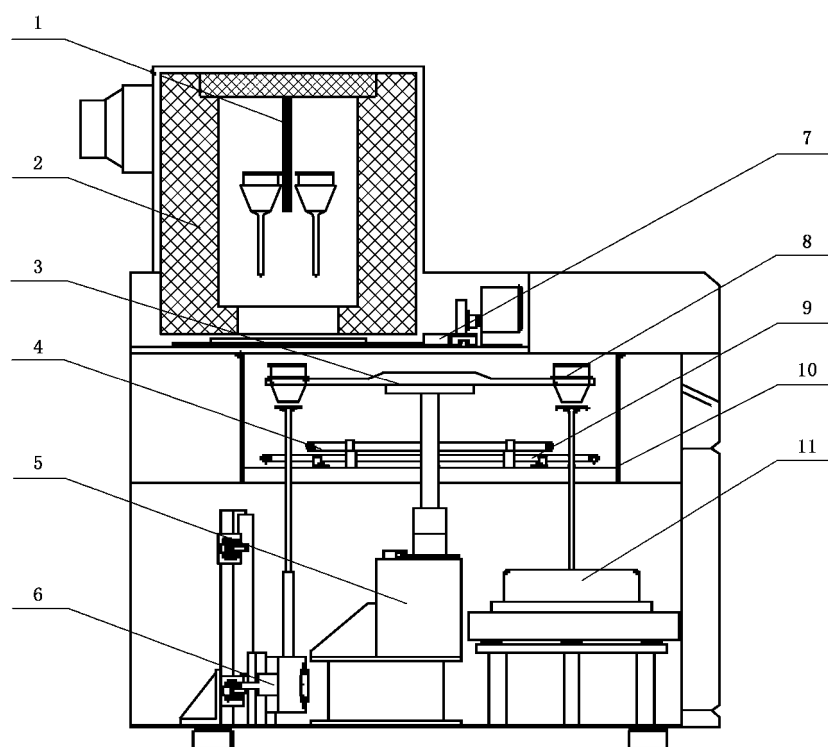


- 说明：
- 1——转盘；
 - 2——坩埚；
 - 3——通气环；
 - 4——热电偶；
 - 5——电路板；
 - 6——上炉体；
 - 7——下炉膛；
 - 8——升降旋转机构；
 - 9——称量机构。

图 A.1 水灰测定炉结构示意图

A.1.2 挥发分测定炉

挥发分测定炉结构示意图见图 A.2。



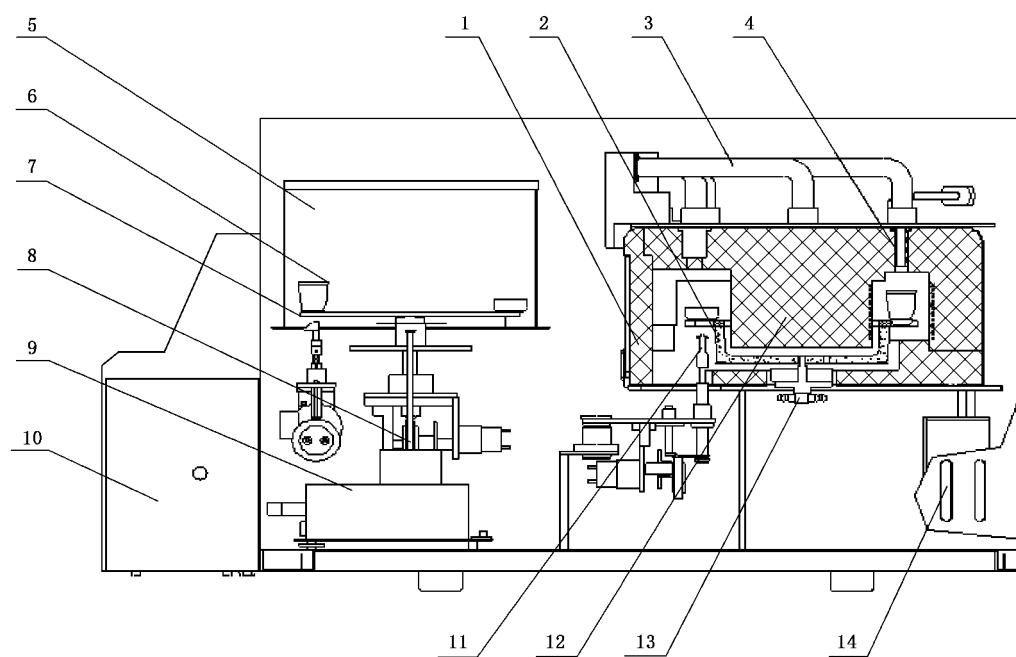
说明：

- 1 —— 热电偶；
- 2 —— 高温炉；
- 3 —— 转盘；
- 4 —— 加热管；
- 5 —— 升降旋转机构；
- 6 —— 送样机构；
- 7 —— 高温炉口开合机构；
- 8 —— 坩埚；
- 9 —— 通气环；
- 10 —— 恒温炉；
- 11 —— 称量机构。

图 A.2 挥发分测定炉结构示意图

A.2 卧式环状炉型自动工业分析仪

卧式环状炉型自动工业分析仪结构示意图见图 A.3。



说明：

- 1 —— 炉门；
- 2 —— 高温样品架；
- 3 —— 排烟管；
- 4 —— 高温热电偶；
- 5 —— 恒温室；
- 6 —— 坩埚；
- 7 —— 恒温样品架；
- 8 —— 称样杆；
- 9 —— 天平；
- 10 —— 弃样盒；
- 11 —— 移动送样装置；
- 12 —— 高温炉；
- 13 —— 进气管；
- 14 —— 流量计。

图 A.3 卧式环状炉型自动工业分析仪结构示意图

附 录 B
(资料性附录)
浮力效应校正

B.1 浮力效应

在煤质分析中,常温实验室称量条件下通常忽略空气浮力对物体质量的影响。一个在热作用下不发生变化的物体,加热时,由于受到气体密度、气体流量、温度和相对湿度变化等因素的影响,物体的质量相对于常温实验室称量条件而产生的质量变化的现象称为浮力效应。浮力效应值见式(B.1)。

$$\Delta m = m_r - m_{st} \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

Δm ——浮力效应值,单位为克(g);

m_r ——室温下称量物体质量,单位为克(g);

m_{st} ——加热后称量物体的质量,单位为克(g)。

B.2 浮力效应校正经验公式

浮力效应校正经验公式见式(B.2)。

$$m_f = m_{st} \times \left(1 + \frac{m_a - m_t}{m_a} \right) \quad \dots\dots\dots (B.2)$$

式中:

m_f ——加热后并经浮力效应校正后的样品和坩埚质量,单位为克(g);

m_a ——室温下空白坩埚质量,单位为克(g);

m_t ——测定温度下空白坩埚质量,单位为克(g);

m_{st} ——测定温度下带样坩埚质量,单位为克(g)。

注: m_f 在式(1)中是 m_2 ; 在式(2)中是 m_3 ; 在式(3)中是 m_4 。