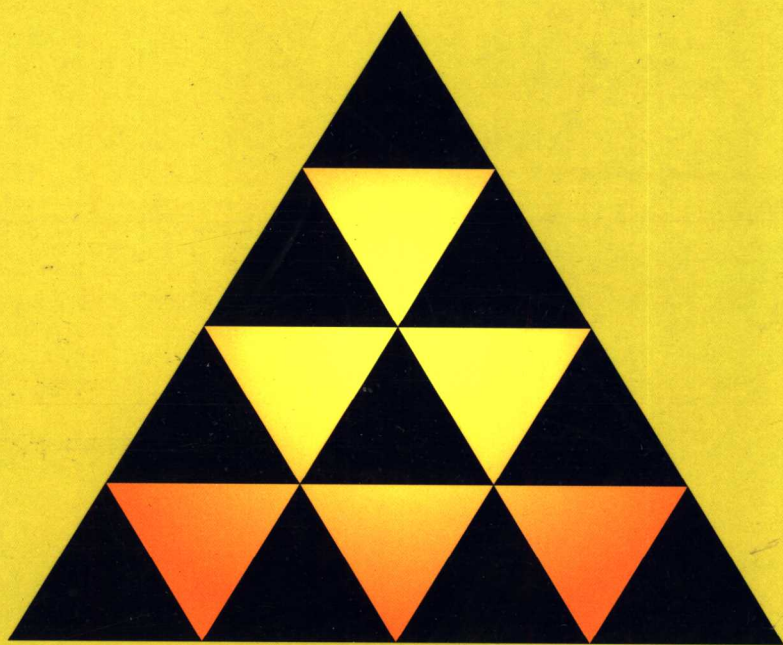


(第3版)

煤炭试验方法 标准及其说明

段云龙 主编



中国标准出版社

煤炭试验方法标准及其说明

(第3版)

主 编 段云龙

中国标准出版社

图书在版编目 (CIP) 数据

煤炭试验方法标准及其说明/段云龙主编. —3 版.
北京: 中国标准出版社, 2004
ISBN 7-5066-3441-4

I. 煤… II. 段… III. ①煤炭工业-标准-汇编
-中国②煤炭工业-标准-说明-中国 IV. TD82-65

中国版本图书馆 CIP 数据核字 (2004) 第 018178 号

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街 16 号

邮政编码: 100045

网址 www.bzcbs.com

电话: 68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 54.25 字数 1 610 千字

2004 年 5 月第一版 2004 年 5 月第一次印刷

*

印数 1—2 500 定价 130.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话: (010) 68533533

编委会名单

主 编 段云龙

副主编 施玉英 韩立庭

编 者 (以姓氏笔画为序)

马尊美 王 萍 王广育 尹治业

邓秀敏 叶道敏 安丰刚 刘良骐

刘建宁 朱春生 李英华 李宏图

李家铸 陈 鹏 陈文敏 陈安胜

陈丽珠 陈绥泽 吴富贤 张克芮

张秀仪 张科选 张传智 苏寄章

邱 蔚 林玉佳 孟宪英 孟昭祥

段云龙 段世慈 姜金海 姚恩题

贾 延 高干亮 韩立庭 郭刚才

夏慧丽 傅 聪 谢恩情 鲍世齐

审 定 李英华 张克芮

前 言

标准化是组织和管理现代化生产的重要手段之一,是联系科研、设计、生产、流通和使用等方面的技术纽带。为了发展生产、提高产品质量、合理利用国家资源,以及保护环境、安全及健康,促进国内外贸易,无论是工业发达国家,还是发展中国家,都十分重视标准化工作。

我国煤炭资源丰富,分布广,品种齐全,还有些国内外著名的特殊煤种,因此,对于各种煤的基本性质研究的内容也十分丰富,从而为研究制定有关煤炭分类与煤炭试验方法标准,提供了更有利的条件。

我国煤炭试验方法标准的发展,可分为三个阶段。20世纪60年代初至70年代初为起步阶段。它以1964年我国制定的第一批共18个国家标准为代表。这些标准完全仿效当时的苏联标准,试验基础较差。70年代中至80年代末为发展阶段。该阶段共制(修)定43项国家标准和行业标准,使我国煤炭试验方法标准形成了从采样、制样到化验的完整体系。它们是在广泛参考欧美标准,充分进行试验后制(修)定的。80年代末以后为走向国际阶段。在我国“全面采用国际标准”方针指导下,煤炭试验方法标准化制定了“全面向国际标准靠拢、研制具有自己特色的方法和标准,打入国际标准”的目标,在对已制定的标准进行多次修订、使之与ISO标准一致的同时,积极研制ISO尚没有或正在进行制定的标准。到2003年底止,我国共制定煤炭试验方法国家标准56项,煤炭行业标准3项。这样我国在本领域的标准在数量上超过了ISO标准,在技术上全面达到ISO水平,有的还在国际上处于领先地位,其中2项已被ISO采用,还有2项正在按ISO标准化程序进行投票中。

我国的煤炭试验方法标准在技术上丰富多彩,有经典重量法、容量法、光学法和电学法,有以经典法为基础的自动和半自动法,还有现代物理-化学法。每个标准都是在充分调查研究、精心试验和广泛征求意见后制定的,既有理论依据又有试验基础,这就保证了各项标准的科学性和可行性。因此它们在我国各有关行业和部门得到广泛应用。

1980年和1992年煤炭科学研究总院煤炭分析实验室(即原北京

煤化学研究所分析研究室)曾两次编写了《煤炭试验方法标准及其说明》,本次为第三次编写。本书包括 56 项国家标准和 3 项煤炭行业标准。它们是贯彻煤炭试验方法标准的辅助材料,可以帮助有关人员加深对标准的理解,掌握标准的精神并提高执行标准的自觉性。本书可供煤炭、电力、冶金、化工、建材、交通、贸易、质量监督、科研和教学等部门参考。

编 者

2004 年 1 月

编写说明

本书介绍了截止 2003 年底,我国制定的全部 56 项煤炭试验方法国家标准和 3 项行业标准的制定和修订的理论和试验依据,并在附录部分汇集了全部有关标准。为使读者对国际上的煤炭试验方法有所了解,书中还扼要地列表介绍了国际标准化组织和世界各主要工业国的相应标准。书中各标准与中国标准出版社出版的标准单行本在技术上完全一致,具有同等效力,但标准说明部分不具有规范作用。

为了便于阅读,各章的“条文说明”部分都按相应标准的条款顺序依次阐述,不需要说明的条款除外。书写方式是先将欲说明的标准条文(包括条款序号)用“”号扼要引出,然后加以解说。例如,标准正文为:

“7 仪器设备

7.1 量热计

7.1.2 氧弹

.....

- a. 不受燃烧过程中出现的.....;
 - b. 能承受充氧压力和燃烧过程中.....;
 - c. 试验过程中能保持完全气密
-”

如欲对上述的 c 款进行解说,则引文为“7.1.2 c 试验过程中能保持完全气密.....”。

此外,部分标准单行本中的技术或印刷错误在本书附录的相应标准中已做勘正(见“煤炭试验方法标准勘误表”)。

目 录

第 1 章	煤中全水分的测定方法(GB/T 211—1996)说明	1
第 2 章	煤的工业分析方法(GB/T 212—2001)说明	7
第 3 章	煤的发热量测定方法(GB/T 213—2003)说明	23
第 4 章	煤中全硫的测定方法(GB/T 214—1996)说明	33
第 5 章	煤中各种形态硫的测定方法(GB/T 215—2003)说明	43
第 6 章	煤中磷的测定方法(GB/T 216—2003)说明	50
第 7 章	煤的真相对密度测定方法(GB/T 217—1996)说明	54
第 8 章	煤中碳酸盐二氧化碳含量的测定方法(GB/T 218—1996)说明	57
第 9 章	煤灰熔融性的测定方法(GB/T 219—1996)说明	65
第 10 章	煤对二氧化碳化学反应性的测定方法(GB/T 220—2001)说明	75
第 11 章	煤样的制备方法(GB 474—1996)说明	82
第 12 章	商品煤样采取方法(GB 475—1996)说明	87
第 13 章	煤的元素分析方法(GB/T 476—2001)说明	99
第 14 章	烟煤胶质层指数测定方法(GB/T 479—2000)说明	112
第 15 章	煤的铝甑低温干馏试验方法(GB/T 480—2000)说明	117
第 16 章	生产煤样采取方法(GB 481—1993)说明	119
第 17 章	煤层煤样采取方法(GB 482—1995)说明	121
第 18 章	煤炭分析试验方法一般规定(GB/T 483—1996)说明	124
第 19 章	煤的格金低温干馏试验方法(GB/T 1341—2001)说明	130
第 20 章	煤的结渣性测定方法(GB/T 1572—2001)说明	136
第 21 章	煤的热稳定性测定方法(GB/T 1573—2001)说明	145
第 22 章	煤灰成分分析方法(GB/T 1574—1995)说明	150
第 23 章	褐煤的苯萃取物产率测定方法(GB/T 1575—2001)说明	179
第 24 章	煤的可磨性指数测定方法(哈德格罗夫法)(GB/T 2565—1998)说明	186
第 25 章	低煤阶煤的透光率测定方法(GB/T 2566—1998)说明	192
第 26 章	煤中砷的测定方法(GB/T 3058—1996)说明	204
第 27 章	煤中氯的测定方法(GB/T 3558—1996)说明	212
第 28 章	煤质及煤分析有关术语(GB/T 3715—1996)说明	220
第 29 章	煤的最高内在水分测定方法(GB 4632—1997)说明	225
第 30 章	煤中氟的测定方法(GB/T 4633—1997)说明	232
第 31 章	煤灰中钾、钠、铁、钙、镁、锰的测定方法(原子吸收分光光度法)(GB/T 4634—1996)说明	237
第 32 章	烟煤粘结指数测定方法(GB/T 5447—1997)说明	246
第 33 章	烟煤坩埚膨胀序数的测定 电加热法(GB/T 5448—1997)说明	255
第 34 章	烟煤罗加指数测定方法(GB/T 5449—1997)说明	258
第 35 章	烟煤奥阿膨胀计试验(GB/T 5450—1997)说明	265
第 36 章	煤的镜质体反射率显微镜测定方法(GB/T 6948—1998)说明	268
第 37 章	煤的视相对密度测定方法(GB/T 6949—1998)说明	275

第 38 章	煤中矿物质的测定方法(GB/T 7560—2001)说明	280
第 39 章	煤中锆的测定方法(GB/T 8207—1987)说明	285
第 40 章	煤中铈的测定方法(GB/T 8208—1987)说明	291
第 41 章	煤中腐植酸产率测定方法(GB/T 11957—2001)说明	296
第 42 章	煤的水分测定方法 微波干燥法(GB/T 15334—1994)说明	303
第 43 章	煤的磨损指数测定方法(GB/T 15458—1995)说明	308
第 44 章	煤的抗碎强度测定方法(GB/T 15459—1995)说明	313
第 45 章	煤中碳和氢的测定方法 电量-重量法(GB/T 15460—2003)说明	316
第 46 章	煤中硒的测定方法 氢化物发生原子吸收法(GB/T 16415—1996)说明	326
第 47 章	褐煤中溶于稀盐酸的钠和钾测定用的萃取方法(GB/T 16416—1996)	332
第 48 章	煤中铬、镉、铅的测定方法(GB/T 16658—1996)说明	336
第 49 章	煤中汞的测定方法(GB/T 16659—1996)说明	341
第 50 章	煤和焦炭试验可替代方法确认准则(GB/T 18510—2001)说明	346
第 51 章	煤的着火温度测定方法(GB/T 18511—2001)说明	350
第 52 章	商品煤质量抽查和验收方法(GB/T 18666—2002)说明	354
第 53 章	烟煤相对氧化度测定方法(GB/T 19224—2003)说明	372
第 54 章	煤中铜、钴、镍、锌的测定方法(GB/T 19225—2003)说明	377
第 55 章	煤中钼的测定方法(GB/T 19226—2003)说明	380
第 56 章	煤和焦炭中氮的测定方法 半微量蒸汽法(GB/T 19227—2003)说明	386
第 57 章	商品煤含矸率和限下率的测定方法(MT/T 1—1996)说明	393
第 58 章	少量煤样烟煤胶质层指数测定方法(MT 29—1977)说明	397
第 59 章	煤中铀的测定方法(MT/T 384—1994)说明	401
第 60 章	煤炭试验方法精密度的确定和不同试验方法的对比	407
附录		423
煤炭试验方法标准勘误表		425
GB/T 211—1996	煤中全水分的测定方法	427
GB/T 212—2001	煤的工业分析方法	431
GB/T 213—2003	煤的发热量测定方法	443
GB/T 214—1996	煤中全硫的测定方法	464
GB/T 215—2003	煤中各种形态硫的测定方法	471
GB/T 216—2003	煤中磷的测定方法	479
GB/T 217—1996	煤的真相对密度测定方法	484
GB/T 218—1996	煤中碳酸盐二氧化碳含量的测定方法	488
GB/T 219—1996	煤灰熔融性的测定方法	492
GB/T 220—2001	煤对二氧化碳化学反应性的测定方法	498
GB 474—1996	煤样的制备方法	503
GB 475—1996	商品煤样采取方法	511
GB/T 476—2001	煤的元素分析方法	519
GB/T 479—2000	烟煤胶质层指数测定方法	530
GB/T 480—2000	煤的铝钨低温干馏试验方法	546
GB 481—1993	生产煤样采取方法	555
GB 482—1995	煤层煤样采取方法	557
GB/T 483—1996	煤炭分析试验方法一般规定	564
GB/T 1341—2001	煤的格金低温干馏试验方法	572

GB/T 1572—2001	煤的结渣性测定方法	580
GB/T 1573—2001	煤的热稳定性测定方法	586
GB/T 1574—1995	煤灰成分分析方法	589
GB/T 1575—2001	褐煤的苯萃取物产率测定方法	612
GB/T 2565—1998	煤的可磨性指数测定方法(哈德格罗夫法)	617
GB/T 2566—1995	低煤阶煤的透光率测定方法	624
GB/T 3058—1996	煤中砷的测定方法	629
GB/T 3558—1996	煤中氯的测定方法	636
GB/T 3715—1996	煤质及煤分析有关术语	644
GB 4632—1997	煤的最高内在水分测定方法	660
GB/T 4633—1997	煤中氟的测定方法	666
GB/T 4634—1996	煤灰中钾、钠、铁、钙、镁、锰的测定方法(原子吸收分光光度法)	671
GB/T 5447—1997	烟煤粘结指数测定方法	677
GB/T 5448—1997	烟煤坩埚膨胀序数的测定 电加热法	683
GB/T 5449—1997	烟煤罗加指数测定方法	689
GB/T 5450—1997	烟煤奥阿膨胀计试验	695
GB/T 6948—1998	煤的镜质体反射率显微镜测定方法	708
GB/T 6949—1998	煤的视相对密度测定方法	721
GB/T 7560—2001	煤中矿物质的测定方法	727
GB/T 8207—1987	煤中锆的测定方法	733
GB/T 8208—1987	煤中镓的测定方法	737
GB/T 11957—2001	煤中腐植酸产率测定方法	740
GB/T 15334—1994	煤的水分测定方法 微波干燥法	745
GB/T 15458—1995	煤的磨损指数测定方法	748
GB/T 15459—1995	煤的抗碎强度测定方法	754
GB/T 15460—2003	煤中碳和氢的测定方法 电量-重量法	757
GB/T 16415—1996	煤中硒的测定方法 氢化物发生原子吸收法	766
GB/T 16416—1996	褐煤中溶于稀盐酸的钠和钾测定用的萃取方法	769
GB/T 16658—1996	煤中铬、镉、铅的测定方法	771
GB/T 16659—1996	煤中汞的测定方法	775
GB/T 18510—2001	煤和焦炭试验可替代方法确认准则	780
GB/T 18511—2001	煤的着火温度测定方法	798
GB/T 18666—2002	商品煤质量抽查和验收方法	805
GB/T 19224—2003	烟煤相对氧化度测定方法	814
GB/T 19225—2003	煤中铜、钴、镍、锌的测定方法	821
GB/T 19226—2003	煤中钼的测定方法	827
GB/T 19227—2003	煤和焦炭中氮的测定方法 半微量蒸汽法	832
MT/T 1—1996	商品煤含矸率和限下率的测定方法	839
MT 29—1977	少量煤样烟煤胶质层指数测定方法	842
MT/T 384—1994	煤中铀的测定方法	850

第 1 章 煤中全水分的测定方法

(GB/T 211—1996)说明

煤中全水分是评价煤炭质量和数量的重要指标。它是指在采样状态下、包括外在水分和内在水分的总水分含量。在煤炭生产、贸易和加工利用中都必须测定这项指标。

国家标准《煤中全水分的测定方法》于 1963 年制定(GB 211—63),1979 年进行了第一次修订(GB 211—79),1984 年进行了第二次修订(GB 211—84)。

GB 211—79 包括两种方法:一种为一步法,用粒度小于 3 mm 的煤样,于(105~110)℃(烟煤和无烟煤)或(145±5)℃(褐煤)下干燥;另一种方法为两步法,用粒度(3~13)mm 的煤样,先于(70~80)℃下干燥测定外在水分,然后将煤样破碎到 3mm 以下,于(105~110)℃或(145±5)℃下干燥测定内在水分。

GB 211—84 包括三种方法:

A 法,用粒度小于 13 mm 的煤样,在(105~110)℃下、于空气中干燥至质量恒定。

B 法,用粒度小于 13 mm 的煤样,在(145±5)℃下、于空气中干燥至质量恒定。

C 法,用粒度小于 6 mm 的煤样,在(145±5)℃下、于空气中干燥至质量恒定。

在 GB 211—84 执行过程中,发现该标准存在以下问题:

(1) 该标准的 C 法用粒度小于 6 mm 的煤样进行测定,但标准中没有对 6 mm 粒度煤样的制备条件作限制,致使煤样在制备过程中失去部分水分、造成 C 法测定结果偏低。

(2) B 法和 C 法为经验方法。它们以年轻煤在较高温度(145℃)下干燥较短时间,使煤样因氧化而增加的质量和因分解而减少的质量互相抵消为方法基础。这种方法科学性比较欠缺,除前苏联国家标准曾采用外,没有任何国家用作标准方法。

(3) 该标准排除了 GB 211—79 中的两步法、这种国际上公认为比较可靠的、也常常用于仲裁分析的方法。

鉴此,煤炭科学研究总院煤炭分析实验室从 1991 年起对该标准进行修订,1993 年提出标准修订草案,1993 年 6 月经全国煤炭标准化技术委员会审查通过,1996 年 6 月 14 日由国家技术监督局发布,1997 年 2 月 1 日起实施。

一、标准修订要点

1984 年以后,国际标准(ISO)和主要工业国家的全水分测定标准基本有以下几种:

(1) 直接容量法。煤样与有机溶剂(甲苯或二甲苯)共沸蒸馏,根据蒸馏液中水的体积测定煤中水分。

(2) 间接重量法。煤样在(105~110)℃温度下,于氮气或空气中干燥至质量恒定。对水分高的煤,则先在比室温高(10~15)℃、但不超过 45℃下干燥测定外在水分,然后在(105~110)℃下干燥测定内在水分。

GB/T 211—1996 是在 GB 211—84 基础上,参考 ISO 589《硬煤 全水分测定》和 ISO 5068《褐煤和柴煤—水分测定—间接重量法》,同时吸收了微波干燥法而修订的,其主要修订点如下:

(1) 取消了 GB 211—84 中的 B 法和 C 法、即于(145±5)℃下干燥的方法;

(2) 增加了通氮干燥法、微波干燥法和恢复了两步法;

(3) 按 GB 483—87《煤质分析试验一般规定》和我国法定计量单位修改了有关的名词、术语、计量单位和符号。

本章撰稿人:煤炭科学研究总院煤炭分析实验室 段云龙。

二、条文说明

1 “3.2 煤样的制备”

(1) 煤样的粒度

从理论上讲,如煤样在制备过程中水分不损失,则粒度小的煤样,由于表面积大,表面水分容易蒸发及包藏水分容易排出而可能得到较高的水分测定结果。但是,由于制样、特别是破碎过程中难以避免水分损失,往往使小颗粒煤的水分测定值低于大颗粒煤。对此,标准修订过程中进行了以下对比试验:

取 60 kg 粒度小于 25 mm 的煤样,用颚式破碎机破碎到粒度小于 13 mm,稍加推掺后用 9 点法取出 3 份各 2 kg 左右煤样,然后用颚式破碎机将其中 2 份分别破碎到粒度小于 6 mm 和 3 mm,分别测定这三种粒度煤样的水分。试验结果列于表 1-1。

表 1-1 不同粒度煤样水分测定值

样号	一步法(13mm)	一步法(6mm)	一步法(3mm)	d_{13-3}	d_{13-6}	d_{6-3}
1	16.54	16.52	16.44	0.10	0.02	0.08
2	12.75	11.96	11.17	1.58	0.79	0.79
3	11.94	10.65	9.94	2.00	1.29	0.71
4	11.26	10.24	9.90	1.36	1.02	0.34
5	11.10	10.54	10.22	0.88	0.56	0.26
6	10.91	8.98	8.58	2.33	1.93	0.40
7	10.69	9.83	9.08	1.61	0.86	0.75
8	10.55	10.45	9.22	1.33	0.10	1.23
9	10.54	9.79	9.49	1.05	0.57	0.48
10	9.60	9.60	9.06	0.54	0.00	0.54
11	8.29	7.71	7.14	1.15	0.58	0.57
12	8.17	7.58	7.12	1.06	0.59	0.46
13	7.65	7.46	7.26	0.39	0.19	0.20
14	5.68	5.14	5.19	0.49	0.54	0.05
15	5.44	5.04	5.13	0.31	0.10	0.09
16	5.23	5.08	4.72	0.51	0.15	0.36
17	4.74	4.28	4.28	0.46	0.46	0.00
18	4.64	4.24	4.26	0.38	0.40	0.02
19	3.84	3.74	3.74	0.10	0.10	0.00
20	3.10	2.72	2.80	0.30	0.38	0.08
21	2.60	2.34	2.44	0.16	0.26	0.10
$\bar{d}$				0.861 4	0.518 6	0.325 2
s				0.648 4	0.470 8	0.359 7
t				6.088 0	5.047 8	4.143 0
$t_{0.05}$				2.080	2.080	2.080
D				0.861 4 $\pm 1.348 7$	0.518 6 $\pm 0.979 2$	0.325 2 $\pm 0.748 2$

由表 1-1 所列结果可见,6 mm 和 3 mm 粒度试样的水分显著低于 13 mm 粒度试样的水分,而 3 mm 粒度试样的水分又显著低于 6 mm 粒度试样的水分。

为避免制样过程中水分损失,标准修订中采用了一种气流内循环密封式锤式破碎机将 13 mm 粒度

的试样破碎成 6 mm 试样。试验结果(见表 1-2)证明,在此条件下 6 mm 试样的水分和 13 mm 试样的水分无显著差异。

表 1-2 密封式破碎机制样两种粒度的——全水分测定结果

煤样 序号	$M_t/\%$ ¹⁾		差值 (13-6)	煤样 序号	$M_t/\%$		差值 (13-6)
	粒度<13 mm	粒度<6 mm			粒度<13 mm	粒度<6 mm	
1	12.01	12.00	0.01	21	12.07	11.58	0.49
2	10.82	10.81	0.01	22	10.69	10.96	-0.27
3	16.15	15.99	0.16	23	9.85	10.05	-0.20
4	15.93	16.24	-0.26	24	9.35	9.49	-0.14
5	10.63	10.45	0.18	25	9.55	9.64	-0.09
6	10.93	10.85	0.08	26	7.10	7.34	-0.24
7	10.88	10.96	-0.08	27	12.52	12.17	0.35
8	11.04	10.72	0.32	28	11.33	11.30	0.03
9	10.33	10.53	-0.20	29	15.52	15.12	0.40
10	10.81	10.42	0.39	30	9.82	10.33	-0.51
11	10.80	10.97	-0.17	31	11.25	11.08	0.17
12	12.16	11.92	0.24	— 32	12.04	12.05	-0.01
13	10.07	10.22	-0.15	33	14.34	14.15	0.19
14	11.19	11.41	-0.22	34	12.69	12.56	0.13
15	9.39	9.68	-0.29	35	11.50	11.55	-0.05
16	10.73	10.86	-0.13	36	10.77	10.95	-0.18
17	8.73	9.07	-0.34	37	10.54	10.60	-0.06
18	6.71	7.05	-0.34	38	4.20	4.60	-0.40
19	13.05	13.01	0.04	39	7.92	8.02	-0.10
20	11.72	11.49	0.23	40	10.94	10.92	0.02
$\bar{d}$							-0.024 75
s							0.238 9
t							0.655 2
$t_{0.05}$							2.021
D							-0.247 5 ±0.482 8

根据以上试验结果,同时考虑到水分较高的煤样难以破碎到 3 mm,因此,本修订标准的 A 法、B 法和 C 法采用粒度 6 mm 的试样。

(2) 破碎设备

在制备全水分煤样的整个过程中都应使用水分无明显损失的破碎设备,而且在将 2 kg 粒度小于 13 mm 的煤样制成粒度小于 6 mm 的试样时,由于试样量少,破碎粒度小,所以这一点显得更加重要。

“水分无明显损失”是从数理统计的角度讲的,即在制样过程中不要求水分一点都不损失,只要求破碎后的煤样全水分测定结果与破碎前的测定结果经 t 检验无显著差异,或虽有显著差异,但置信范围较小。

2 “4. 方法 A(通氮干燥法)”

在氮气流中干燥煤样,是为了防止煤样在受热过程中被空气氧化使水分测定结果偏低。直接容量法(煤样与甲苯或二甲苯共沸蒸馏)虽然也可防止煤样氧化,但由于①这两种试剂有毒且易燃;②对年轻

1) 本书中若无特别说明,则“%”指的是质量分数。

煤,两种试剂的测定结果不一致;③甲苯和二甲苯与水有一定的互溶性,加上一一般蒸馏液接收管刻度粗,读数难准使测定结果的准确度和精密度下降,故国际上已很少采用。

在国际标准(ISO)、英国标准(BS)、澳大利亚标准(AS)都明确规定,通氮干燥法适用于各种煤的水分测定,只有不易氧化的高煤化程度煤才可用空气干燥法。因此,GB/T 211—1996 将该法列为第一种方法并适用于所有煤种。

3 “6. 方法 C(微波干燥法)”

微波是一种频率为 $(300\sim 3\times 10^5)$ MHz 的电磁波,水分子吸收微波产生强烈振动、使自身温度升高而汽化逸出。由于煤样不是经热空气加热,而且受热时间短,从而有效地减弱了煤样的氧化程度,因此微波干燥法是一种适合于除无烟煤外的所有煤种、特别是低煤化程度煤的水分测定方法。标准修订中、进行了微波干燥法和通氮干燥法对比试验,结果如表 1-3 所示。

表 1-3 微波干燥法和能氮干燥法水分测定结果对比(M_t) %

煤样	微波干燥法(I)			通氮干燥法(II)			差值 (I-II)
	1	2	平均	1	2	平均	
鹤壁	0.87	0.88	0.9	0.98	1.01	1.0	-0.1
天河	1.07	1.14	1.1	1.01	1.00	1.0	0.1
肥城(原)	1.68	1.63	1.7	1.88	1.89	1.9	-0.2
肥城(洗)	1.67	1.72	1.7	2.03	2.04	2.0	-0.3
焦作	2.65	2.56	2.6	2.92	2.99	3.0	-0.4
抚顺两露天	4.04	4.08	4.1	4.12	4.14	4.1	0
抚顺老虎台	6.38	6.40	6.4	6.59	6.57	6.6	-0.2
神木一大同	12.67	12.69	12.7	13.26	12.72	13.0	-0.3
神木	15.22	15.39	15.3	15.64	15.42	15.5	-0.2
扎来诺尔	19.93	19.77	19.8	19.56	19.60	19.6	0.2
舒兰 41	21.70	21.58	21.6	21.08	21.47	21.3	0.3
舒兰	23.11	23.04	23.1	23.02	23.06	23.0	0.1
霍林河	27.03	27.27	27.2	27.61	27.77	27.7	-0.5
大雁 32	31.25	31.68	31.5	31.46	31.36	31.4	0.1
霍林河 14	33.46	33.53	33.5	33.32	33.51	33.4	0.1
霍林河小露天	34.60	34.63	34.6	34.96	34.46	34.7	-0.1
霍林河 17	35.13	35.29	35.2	35.72	35.65	35.7	-0.5
大雁 21	39.94	39.78	39.9	40.49	40.20	40.8	-0.4
大雁 2	40.03	40.0	40.0	40.45	40.55	40.5	-0.5
$\bar{d}$							-0.147 4
s							0.252 5
t							2.544 6
$t_{0.05}$							2.101
D							-0.147 4
							$\pm 0.530 5$

表 1-3 所列试验结果及其统计分析表明,微波干燥法测定结果虽系统低于通氮干燥法,但二者间差值的置信范围较小,故该法仍可作为一种快速方法。

4 “7. 方法 D”

方法 D 包括两个方法:一步法——粒度小于 13 mm 的煤样于 $(105\sim 110)^\circ\text{C}$ 下干燥测定水分;两步法——先将粒度小于 13 mm 的煤样于 50°C 以下在大气中干燥测定外在水分,再将它破碎到粒度小于 6 mm、于 $(105\sim 110)^\circ\text{C}$ 下干燥测定内在水分,然后计算出全水分。经用 124 个原煤和精煤样(全水分为 3%至 14%)进行对比试验(部分结果见表 1-4),两个方法的平均差值(两步法减一步法)为 0.039,标准

差为 0.268, t 值为 1.620, $t_{0.05,123}$ 为 1.960, 差值的置信范围为 0.039 ± 0.525 , 证明两个方法的测定结果无显著差异, 一步法可代替两步法。

表 1-4 一步法和两步法试验结果对比(烟煤)

序号	$M_t/\%$		d (I-II)	序号	$M_t/\%$		d (I-II)
	两步法(I)	一步法(II)			两步法(I)	一步法(II)	
1	7.0	6.9	0.1	16	7.9	7.8	0.1
2	7.7	7.3	0.4	17	9.3	9.2	0.1
3	9.8	9.9	-0.1	18	8.7	8.7	0
4	9.2	9.3	-0.1	19	6.8	6.7	0.1
5	6.9	6.7	0.2	20	6.6	6.9	-0.3
6	6.7	6.8	-0.1	21	6.9	7.3	-0.4
7	7.2	7.2	0	22	6.6	7.5	-0.9
8	7.8	7.9	-0.1	23	7.5	7.8	-0.3
9	8.4	8.9	-0.5	24	8.7	8.8	-0.1
10	9.5	9.7	-0.2	25	8.6	8.8	-0.2
11	6.4	6.5	-0.1	26	8.4	8.3	0.1
12	10.0	10.0	0	27	8.4	8.4	0
13	6.8	7.0	-0.2	28	7.1	6.9	0.2
14	7.2	7.4	-0.2	29	7.7	7.5	0.2
15	7.1	7.2	-0.1	30	7.9	7.8	0.1

5 “7.3.2 两步法

7.3.2.1 准确称量全部粒度小于 13 mm 的煤样……于温度不高于 50℃ 的环境下干燥到质量恒定……”

全水分测定中的外在水分测定, 应使煤样在试验室大气中干燥到质量恒定。为加速这一过程, 可以先在温度不高于 50℃ 的干燥箱或其他设备中干燥, 但在称量之前必须将煤样在试验室大气中放置到其湿度与大气接近平衡, 否则在进一步制样过程中煤样会吸湿而使测定结果偏高。

6 “8. 精密度”

GB 211—84 规定的全水分测定值的重复性为: $M_t < 10\%$ 时为 0.4%; $M_t \geq 10\%$ 时为 0.5%。经用表 1-3 所列结果进行统计得到表 1-5 所示结果。

表 1-5 全水分测定结果统计

统计项	通氮干燥法		微波干燥法	
	$M_t < 10\%$	$M_t \geq 10\%$	$M_t < 10\%$	$M_t \geq 10\%$
$\bar{d}$	0.095	0.204 4	0.046	0.15
$s = \sqrt{\sum d^2 / 2n}$	0.131 7	0.178 6	0.045 9	0.134 1
$t_{0.05}$	2.228	2.262	2.228	2.262
$\sqrt{2}t_{0.05}S$	0.41	0.57	0.14	0.43

表 1-5 数据表明, 两种方法的全水分测定值的重复性与 GB 211—84 规定值基本一致, 而 ISO 589《硬煤—全水分测定》和 ISO 5068《褐煤和柴煤—水分测定—间接重量法》规定的重复性值都为 0.5%, 鉴此, 本修订版的全水分测定的重复性保持 GB 211—84 规定值。

第2章 煤的工业分析方法

(GB/T 212—2001)说明

煤的工业分析是煤质分析的最重要的组成部分。它包括煤的水分、灰分、挥发分的测定和固定碳的计算。它们是了解煤炭特性的重要指标,根据煤的工业分析结果可初步判断煤的种类、加工利用途径及效果。

我国于1963年第一次制定国家标准“煤的工业分析方法”(GB 212—63),并于1977年进行了第一次修订(GB 212—77),于1991年进行了第二次修订(GB 212—91)。

与GB 212—77相比,GB 212—91主要作了以下修改:

1 取消了以下方法:

- (1) 烟煤和无烟煤的快速水分测定法—— $(145 \pm 5)^\circ\text{C}$ 空气干燥法;
- (2) 褐煤水分测定的 $(145 \pm 5)^\circ\text{C}$ 空气干燥法;
- (3) 褐煤水分测定的二甲苯蒸馏法;甲苯蒸馏法不再作为仲裁法;
- (4) 灰分测定的双马弗炉快速法。

2 增加了以下方法:

(1) 通氮干燥水分测定法,并规定在仲裁分析中遇有用空气干燥煤样水分进行基的换算时,要用本法测定水分;

(2) 使用快速灰分仪的灰分测定法。

上次修订后的近10年的使用过程中,发现其仍然存在着一些问题,主要是:

a) GB 212—91中的方法B(甲苯蒸馏法)操作较繁琐,易受其他因素的影响而导致测定精度较差,另外,所用的试剂——甲苯有毒。国际标准已将此方法取消。

b) 空气干燥基挥发分计算公式与挥发分定义不一致,且与ISO 562:1998“硬煤和焦炭—挥发分测定”不一致。

鉴于上述情况,煤炭科学研究总院煤炭分析实验室于1999年底开始对GB 212—91进行修订工作,并于2000年底提出修订草案送审稿,2001年4月全国煤炭标准化委员会煤炭分析试验分技术委员会讨论并通过,2001年11月12日由中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局发布,2002年8月1日实施。

一、标准修订要点

与GB 212—91相比,新标准主要进行了以下修改:

- 1 根据GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》的要求修改了书写格式,增加了前言。
- 2 ‘水分的测定’部分中,取消了甲苯蒸馏法。
- 3 将水分测定结果的计算统一表示在‘3.3 结果的计算’中。
- 4 将原标准规定的高温计(包括毫伏计和热电偶)至少半年校准一次”改为至少每年校准一次”,以与计量部门的规定一致。
- 5 增加灰分测定用马弗炉恒温区条件要求及其测定要求,修改挥发分测定用马弗炉恒温区测定间隔时间为1年。
- 6 为与挥发分定义及ISO 562:1998一致,空气干燥基挥发分计算公式中不应进行碳酸盐二氧化碳校正。故在“4.5 结果的计算”中去除碳酸盐二氧化碳校正内容,另给出干燥无灰基挥发分和干燥无矿物质基挥发分计算公式,在其中进行碳酸盐二氧化碳校正。

本章撰稿人:煤炭科学研究总院煤炭分析实验室 韩立亭、林玉佳。