

DB13

河北省地方标准

DB13/T 2566—2017

燃料煤中灰分、挥发分 and 全硫快速检验方法

2017-09-06 发布

2017-10-06 实施

河北省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T 1.1-2009给出的规则起草。

本标准由河北省质量技术监督局提出。

本标准起草单位：廊坊市产品质量监督检验所、长沙开元仪器股份有限公司。

本标准主要起草人：王永辉、郑丽云、李金瑞、文胜。

燃料煤中灰分、挥发分和全硫快速检验方法

1 范围

本标准规定了燃料煤水分、灰分、挥发分和全硫快速检验的方法提要、试剂和材料、仪器设备、煤样、测定程序、结果计算、结果报告、检验结果的应用、试验记录和检验报告。

本标准适用于燃料煤的快速检验。

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 214 煤中全硫的测定方法 第4部分：库仑滴定法

GB/T 474 煤样的制备方法

GB/T 475 商品煤样人工采取方法

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

GB/T 25214 煤中全硫测定 红外光谱法

DL/T 1030-2006 煤的工业分析 自动仪器法

DB13/ 2081 工业和民用燃料煤 第4部分：产品分类；第5部分：要求

DB13/ 2122 洁净颗粒型煤 第4部分：产品分类；第5部分：要求

3 术语和定义

GB/T 483界定的以及下列术语和定义适用于本文件。

3.1

浮力效应

一个在热作用下不发生化学变化的物体，加热时，由于受到气体密度、气体流量和温度等因素的影响，相对于常温试验室的称量条件而产生的质量增加或减少的现象。假定某物体在室温试验室条件下的质量为 m_s ，加热到高温时的表观质量为 m_b ，则浮力效应值 $\Delta m = m_b - m_s$ 。

[DL/T 1030-2006, 定义3.1]

3.2

快速检验法

测定条件与国家标准方法不同，测定速度明显优于国家标准方法，经试验验证精密度和准确度与国家标准方法基本相同的仪器测定法。

4 方法提要

4.1 水分测定

在不加盖的坩埚中称取一定量的一般分析试验煤样，于加热炉内在规定温度、空气流中加热干燥至质量恒定，根据煤样的质量损失计算煤样中水分的质量分数。

4.2 灰分测定

在不加盖的坩埚中称取一定量的一般分析试验煤样，在空气流中按规定程序加热，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。

4.3 挥发分测定

在加盖的坩埚中称取一定量的一般分析试验煤样，在规定条件下隔绝空气加热，以减少质量占煤样的质量分数，减去该煤样的水分质量分数作为煤样的挥发分质量分数。

4.4 全硫测定

可选择下列方法之一：

—— GB/T 214 中规定的库仑滴定法：煤样在催化剂作用下，于空气流中燃烧分解，煤中硫生成硫氧化物，其中二氧化硫被碘化钾溶液吸收，以电解碘化钾溶液所产生的碘进行滴定，根据电解所消耗的电量计算煤中全硫的含量；

—— GB/T 25214 中规定的红外光谱法：煤样在高温下，于氧气流中燃烧分解，气流中的颗粒和水蒸气分别被玻璃棉和无水高氯酸镁吸附滤除，二氧化硫由红外检测系统测定。

5 试剂和材料

5.1 三氧化钨：分析纯。

5.2 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。

5.3 氧气：99.5%，不含氢。

5.4 电解液：称取分析纯碘化钾、溴化钾各 5.0 g，溶于 250 mL~300 mL 水中并在溶液中加入分析纯冰乙酸 10 mL 制成的混合溶液。

5.5 变色硅胶：工业用品。

5.6 氢氧化钠：化学纯。

5.7 无水高氯酸镁[Mg(ClO₄)₂]：粒状或片状。

6 仪器设备

6.1 煤质快速检验系统

6.1.1 系统构成

煤质快速检验系统由水分单元、灰分单元、挥发分单元、全硫单元和微机控制单元组成，其中水分、灰分、挥发分单元分别包括高温炉、内置天平、试样承接和传送装置、温度测量装置等；全硫单元主要包括管式高温炉、电解池和电磁搅拌器、库仑积分器、送样器、空气供应和净化装置等。微机

控制单元主要包括微机、显示器、测试专用软件和控制装置等。煤质快速检验系统结构示意图参见附录A中的图A.1、图A.2。

煤质快速检验系统应在每次试验中记录并给出空坩埚质量、试样质量及测定结果等详细信息。

6.1.2 功能

煤质快速检验系统具有称量和水分、灰分、挥发分、全硫四个项目的检验以及计算、结果打印等功能。

6.1.3 测量单元

6.1.3.1 高温炉

a) 水分测定炉：炉膛能控制在 $(120\pm 5)^{\circ}\text{C}$ ，有较小的自由空间、足够的恒温区和通气、排气口；

b) 灰分测定炉：炉膛能控制在 $(500\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 和 $(815\pm 10)^{\circ}\text{C}$ ，有较小的自由空间、足够的恒温区和通气、排气口，能按规定的程序加热；

c) 挥发分测定炉：能控制在 $(900\pm 10)^{\circ}\text{C}$ ，有足够的恒温区。炉子热容量为炉温在 $900^{\circ}\text{C}\sim 920^{\circ}\text{C}$ 时放入坩埚后在3min内恢复到 $(900\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.3.2 温度测量装置

能准确测量、显示炉膛温度，分辨率为 1°C 。

6.1.3.3 内置电子天平

感量 0.1 mg ，拆卸方便，便于维护、校准与检定。应有可靠措施防止天平工作环境温度超出规定要求，避免加热炉的热辐射作用对天平性能产生影响。

6.1.3.4 煤样支撑杆

安装在内置电子天平传感器上的瓷杆或石英杆，其顶端可用来承托坩埚。

6.1.3.5 放样盘

用来放置坩埚，用金属材料或耐高温材料制成，在 1000°C 高温下不发生化学反应、不变形且具有足够的强度。

6.1.3.6 送样装置

送样装置是一种机械传动装置，可使放样盘旋转、升降或使加热炉升降，完成煤样的称量，同时，将放样坩埚输送到规定位置。送样装置应定位正确，运转灵活无卡涩。

6.1.3.7 进气装置

进气装置包括减压阀与压力表、耐压导气管、流量计和安装在炉内的气体分配器，应能满足试验中气氛控制要求，并使气流与煤样充分接触。

6.1.3.8 排气装置

排气装置包括排气管、风扇，应能及时有效的将试验中产生的烟和废气排出。

6.1.3.9 库仑测硫单元

应符合GB/T 214中有关库仑滴定法测硫仪器设备部分。

6.1.3.10 微机

硬件配置和软件均应满足本标准相关测试控制要求。

6.2 天平

感量0.1 mg。

6.3 干燥器

内装变色硅胶或无水氯化钙。

6.4 压饼机

螺旋式或杠杆式，能压制直径约为10 mm的煤饼。

6.5 坩埚

瓷或石英制，测水分和灰分用，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0.07 g，形状和尺寸如图1所示。

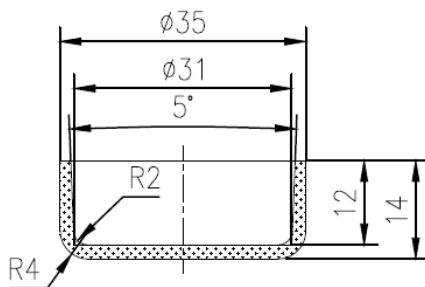


图1 水分/灰分坩埚

6.6 挥发分坩埚

瓷质并配有严密的坩埚盖，形状和尺寸如图2所示。

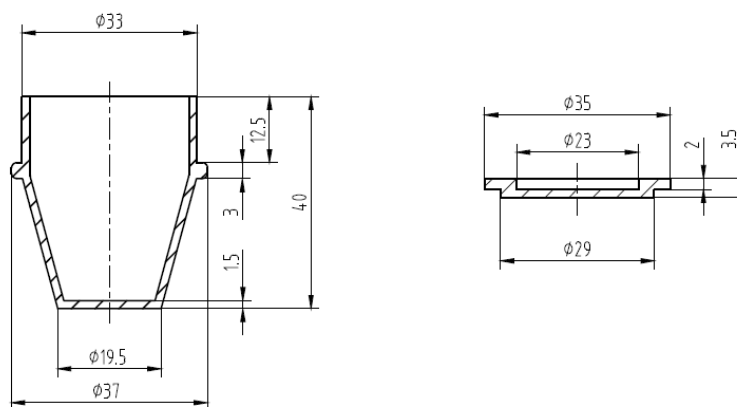


图2 挥发分坩埚

6.7 燃烧舟

素瓷或刚玉制品，应符合GB/T 214中有关库仑滴定法或GB/T 25214中红外光谱法测硫燃烧舟的规定。

7 煤样

根据检验需要，煤样的采取和制备按照GB/T 475、GB/T 474进行。

8 测定程序

8.1 试验准备

8.1.1 根据需要选择若干坩埚在 $(900 \pm 10)^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定，放在干燥器中备用。

8.1.2 按设备说明书要求，开机并打开内置电子天平电源，预热 30 min 以上。

8.1.3 按设备说明书要求，进行空白试验，以确定和校正浮力效应值。

8.2 仪器设备校准

仪器开机前或连续测15个试样后，用煤标准物质按照本方法规定程序分别测定水分、灰分、挥发分、全硫，灰分、挥发分、全硫干燥基测定结果与标准物质证书的认定值差值的绝对值符合表1允许差的要求，否则，应重新核查仪器或操作，符合要求后，再进行检测。

表1 灰分、挥发分、全硫允许差表

检测项目	允许差/%
灰分 (A_d)	≤ 0.30
挥发分 (V_d)	≤ 0.60
全硫 ($S_{t,d}$)	≤ 0.05

8.3 试验步骤

8.3.1 水分测定

8.3.1.1 在检验系统中，准确称量（准确至 0.0002 g）预先干燥至质量恒定的坩埚，在坩埚中加入 (0.4 ± 0.1) g 一般分析试验煤样，摊平并准确称量（准确至 0.0002 g）。

8.3.1.2 按每小时换气次数不小于 30 次向炉膛通入空气，将煤样送入 $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$ 恒温区持续加热，直至质量恒定（1 min 间隔下质量变化不超过 0.0005 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。

8.3.2 灰分测定

8.3.2.1 在检验系统中，在室温下准确称量（准确至 0.0002 g）预先干燥至质量恒定的坩埚，在坩埚中加入 (0.4 ± 0.1) g 一般分析试验煤样，摊平并准确称量（准确至 0.0002 g）。

8.3.2.2 按每小时换气次数不小于 30 次向炉膛通入空气，并将煤样送入 $(500 \pm 10)^\circ\text{C}$ 恒温区持续加热 (5 ± 1) min，继续升温到 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ 并灼烧至质量恒定（1 min 间隔下质量变化不超过 0.0005 g）。

8.3.3 挥发分测定

8.3.3.1 在检验系统中，在室温下准确称量（准确至 0.0002g）预先干燥至质量恒定的挥发分坩埚，在坩埚中加入（1.0±0.1）g 一般分析试验煤样，摊平并准确称量（准确至 0.0002g）。

8.3.3.2 预先将高温炉加热至 900℃～920℃，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。

8.3.3.3 挥发分坩埚放入高温炉后，炉温会有所下降，但应在 3min 内恢复到（900±10）℃，此后保持在（900±10）℃，否则此次试验作废。加热时间包括温度恢复时间在内。

8.3.3.4 如煤样干燥无灰基挥发分 $V_{daf} > 37\%$ 时，煤样先压饼约 10 mm 的煤饼，然后再切碎成 2 mm～4 mm 小块试验。

8.3.4 全硫测定

在检验系统中，按照 GB/T 214 中库仑滴定法进行或根据需要，按照 GB/T 25214 中红外光谱法进行。

9 结果计算

9.1 水分计算

空气干燥煤样水分含量按下式计算：

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

式（1）中：

M_{ad} ——一般分析试验煤样的水分质量分数，%；

m_0 ——室温下坩埚质量，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 ——加热后煤样和坩埚质量（经浮力效应校正后的质量），单位为克（g）。

9.2 灰分计算

空气干燥煤样灰分含量按下式计算：

$$A_{ad} = \frac{m_5 - m_3}{m_4} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式（2）中：

A_{ad} ——空气干燥基灰分的质量分数，%；

m_3 ——室温下坩埚质量，单位为克（g）；

m_4 ——称取的一般分析试验煤样质量，单位为克（g）；

m_5 ——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）。

9.3 挥发分计算

空气干燥煤样挥发分含量按下式计算：

$$V_{ad} = \frac{m_6 + m_7 - m_8}{m_7} \times 100 - M_{ad} \dots\dots\dots (3)$$

式(3)中:

V_{ad} —— 空气干燥基挥发分的质量分数, %;

m_6 —— 室温下坩埚质量, 单位为克(g);

m_7 —— 称取的一般分析试验煤样质量, 单位为克(g);

m_8 —— 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: 干燥无灰基挥发分计算见GB/T 212。

9.4 全硫计算

按照GB/T 214中库仑滴定法或GB/T 25214中红外光谱法进行计算。

10 结果报告

报告值以单次测定结果按照GB/T 483要求报出。灰分、全硫报告干基, 挥发分报告干基或干燥无灰基。

11 检验结果的应用

11.1 质量符合性

灰分、挥发分和全硫三项指标根据DB13/ 2081和DB13/ 2122中相应质量指标规定值(取上限值)与检验结果比较, 进行质量符合性判定。当符合规定值要求时, 判定被检煤炭质量为不可疑; 当检验项目中任一项或一项以上不符合规定值要求时, 判定被检煤炭质量为可疑。

注: 本方法允许差参见附录B。

11.2 异议解决办法

对检验结果有异议时, 应由被检方请有资质的法定检验机构对备份样按照相应国家标准方法进行复检, 以复检结果为准。

12 试验记录和检验报告

12.1 试验记录

试验记录应按规定的格式、术语、符号和法定计量单位填写, 并应至少包括以下内容:

- a) 试验项目名称及记录编号;
- b) 试验日期;
- c) 试验依据标准及主要使用仪器设备名称;
- d) 试验数据;
- e) 试验结果及计算;
- f) 试验过程中发现的异常现象及其处理;
- g) 检验人员和审查人员;
- h) 其他需说明的问题。

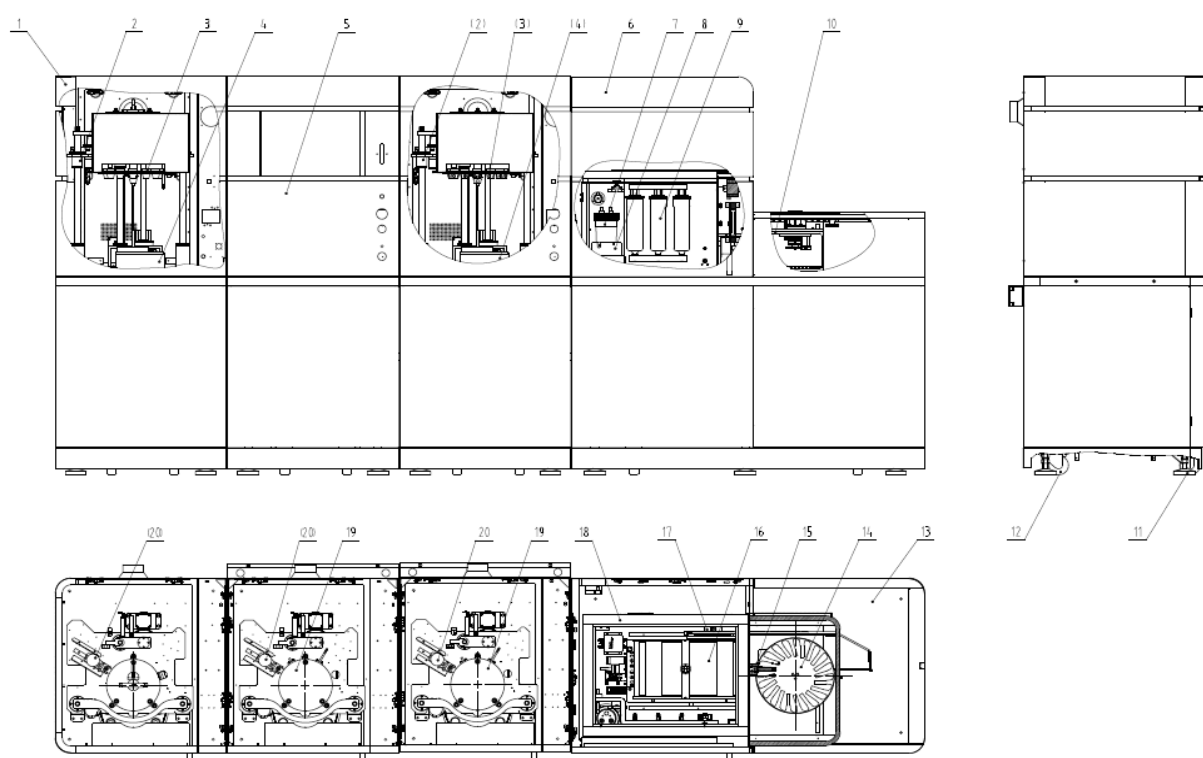
12.2 检验报告

检验报告包括但不限于以下信息：

- a) 报告名称、编号、页号及总页数；
- b) 检验单位名称；
- c) 被检单位名称；
- d) 煤样标识；
- e) 检验项目及依据标准；
- f) 结果及结论；
- g) 采样、制样报告；
- h) 审核和主检人员、检验日期。

附 录 A
(资料性附录)
煤质快速检验系统结构示意图

A.1 煤质快速检验系统结构图A.1。



注：1-左侧箱体；2-升降机构；3-水分、灰分和挥发分放样盘；4-天平；5-中间箱体；6-全硫箱体；7-电解池；8-搅拌机构；9-视窗；10-右壳体；11-固定调节支撑脚；12-带刹车万向脚轮；13-底座；14-全硫放样盘；15-送样机构；16-加热炉组件；17-加热炉支架；18-左壳体；19-加热炉组件；20-炉门组件。

图A.1 煤质快速检验系统结构图

A.2 煤质快速检验系统示意图A.2。

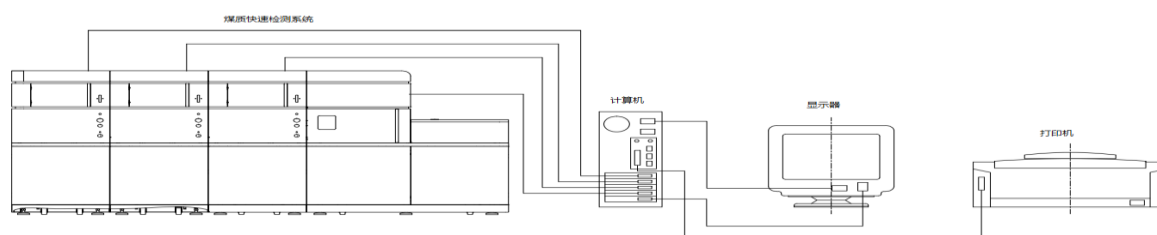


图 A.2 煤质快速检验系统示意图

附 录 B
(资料性附录)
方法允许差

B.1 方法允许差

本方法允许误差为:按本方法检验的报告值与按GB/T 212或GB/T 214检验结果之差值的绝对值,符合表B.1要求。

表B.1 灰分、挥发分、全硫允许差表

检测项目	允许差/%
灰分 (A_d)	≤ 0.60
挥发分 (V_d 或 V_{daf})	≤ 0.80
全硫 ($S_{t,d}$)	≤ 0.05