



中华人民共和国国家标准

GB/T 19224—2003

烟煤相对氧化度测定方法

Determining the relative degree of oxidation in bituminous coal

2003-07-01 发布

2003-11-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准与 ASTM D 5263:1993《烟煤相对氧化度碱抽提测定方法》的一致性程度为非等效。本标准与 ASTM D 5263:1993 的主要差异为：

- 本标准删除了润湿剂,分析煤样粒度采用 3 mm,ASTM D 5263 为 2.36 mm。
- 本标准删除了润湿剂,不加润湿剂不影响测定结果。
- 删去术语一章,因其中没有内容。
- 将意义和用途内容移入附录 A 中。
- 以更简洁的方式表达方法的精密度。
- 删去 ASTM D 5263 第 11 章试验报告。

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。

本标准起草单位:煤炭科学研究总院煤炭分析实验室。

本标准主要起草人:邓秀敏、李英华。

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准为首次制定。

引 言

本标准规定的试验方法是对炼焦烟煤的氧化度的相对测量,不能定量地测定被氧化的煤的量。该方法得到的结果可为选择炼焦用煤提供一定的指导(见附录 A)。

烟煤相对氧化度测定方法

1 范围

本标准规定了根据烟煤碱抽提溶液的色度来测定烟煤相对氧化度的方法提要、试剂和材料、仪器设备、测定步骤、结果计算及方法的精密度等。

本标准适用于炼焦用烟煤。

本标准仅适用于测定自然条件下氧化的炼焦用烟煤的氧化度。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB 474 煤样的制备方法(GB/T 474—1996,eqv ISO 1988:1975)

3 方法提要

一定量的烟煤用氢氧化钠溶液抽提氧化后产生的腐植酸。对碱抽提液进行比色测定,根据溶液的透光率确定煤的相对氧化度。

4 试剂和材料

4.1 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$,称取氢氧化钠(GB/T 629)40 g,溶于水并稀释至1 000 mL。

4.2 滤纸:中速定性滤纸。

5 仪器设备

5.1 分光光度计:波长范围340 nm~900 nm。

5.2 比色皿:10 mm。

5.3 电热板:温度可调。

5.4 分析天平:感量0.001 g。

5.5 温度计:温度范围 $0^{\circ}\text{C}\sim 100^{\circ}\text{C}$,分度值 0.5°C 。

5.6 计时器:秒表。

5.7 量筒:100 mL。

5.8 烧杯:400 mL。

6 试验准备

按GB 474规定将煤样制成粒度小于3 mm的空气干燥煤样,置于干燥的试样瓶中备用。

7 测定步骤

7.1 称取粒度小于3 mm的空气干燥煤样 $(1\pm 0.01)\text{g}$,称准至0.002 g,将其转移到烧杯中。量取100 mL氢氧化钠溶液,先用少许润湿煤样,然后将剩余的溶液沿烧杯壁倒入烧杯中。

7.2 将烧杯放在预先升温的电热板上,烧杯内放置一支温度计,在3 min~4 min内将溶液加热至 98°C ,关闭电热板,用余热保持溶液沸腾3 min。每隔1 min搅动溶液一次,每次至少5 s。

7.3 将烧杯从电热板上取下,在空气中冷却 30 min。

7.4 用双层中速定性滤纸(4.2)干过滤溶液,滤液收集在 100 mL 量筒中。过滤后用蒸馏水将溶液体积稀释至 80 mL,并用玻璃棒搅拌均匀。若烧杯内残留煤样不必冲洗。

7.5 量取氢氧化钠溶液 100 mL,倒入烧杯中,不加煤样,按 7.2~7.4 步骤制备空白溶液。

7.6 预先打开分光光度计,将波长调到 520 nm,稳定 30 min。使用 10 mm 比色皿,以空白溶液为参比,测定滤液的吸光度。

8 结果表达和计算

烟煤相对氧化度用 17 mm 光路下的透光率 T_{17} (%)表示。

$$T_{17} = 10^{-A_{17}} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$A_{17} = 1.7 \times A_{10} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

T_{17} ——17 mm 光路时的透光率;

A_{17} ——17 mm 光路时溶液的吸光度;

A_{10} ——10 mm 光路时溶液的吸光度;

1.7——10 mm 和 17 mm 光路下的吸光度转换系数。

9 方法的精密度

烟煤相对氧化度测定方法的精密度如表 1 规定。

表 1

重复性限(T_{17})/%	再现性临界差(T_{17})/%
3.0	7.6

附 录 A
(资料性附录)
试验结果说明

本试验方法所得结果对冶金用煤的选择有一定的指导意义,表 A. 1 给出了各种试验结果的应用含义。

表 A. 1

透光率 T_{17} / %	结 果 说 明
>90	煤未氧化,适用于炼焦。
80~90	煤可能已氧化,如用于炼焦,应对煤的进一步氧化程度进行严密监测。
<80	煤已经氧化,这种煤可能引起焦炭质量变差和炼焦操作问题。