



中华人民共和国国家标准

Q/HX 108596

GB/T 211—2007
代替 GB/T 211—1996

煤中全水分的测定方法

Determination of total moisture in coal

(ISO 589:2003, Hard coal—Determination of total moisture, NEQ)

2007-11-01 发布

2008-06-01 实施



中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

煤中全水分的测定方法

前 言

本标准对应于 ISO 589:2003《硬煤——全水分测定》。本标准与 ISO 589:2003 的一致性程度为非等效。其主要差异如下：

- 根据中国实际,用近似的粒度 13 mm 和 3 mm 代替 ISO 标准的 11.2 mm 和 2.8 mm;
- 增加在特定条件下用 <6 mm 煤样测定全水分的内容;
- 增加微波加热法测定全水分的内容;
- 适用范围中增加了褐煤。

本标准代替 GB/T 211—1996《煤中全水分的测定方法》。

本标准与 GB/T 211—1996 相比,主要变化如下:

- 增加了前言部分;
- 标准结构做了调整,使其与 ISO 589:2003 基本一致;
- <13 mm 煤样量改为 3 kg, <6 mm 煤样量改为 1.25 kg(原版 3.1, 本版 6.1);
- 两步法中增加氮气流下测定内在水分的内容(本版 7.1.2);
- 两步法中内在水分测定的样品粒度由 <6 mm 改为 <3 mm(原版 7.3.2.2, 本版 7.1.2.1)。

本标准的附录 A 为规范性附录。

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:李宏图、孙刚。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB 211—1963、GB 211—1984、GB/T 211—1996。

煤中全水分的测定方法

1 范围

本标准规定了测定煤中全水分的试剂、仪器设备、操作步骤、结果计算及精密度。

在氮气流中干燥的方式(方法 A1 和方法 B1)适用于所有煤种;在空气流中干燥的方式(方法 A2 和方法 B2)适用于烟煤和无烟煤;微波干燥法(方法 C)适用于烟煤和褐煤。

以方法 A1 作为仲裁方法。

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 19494.2 煤炭机械化采样 第 2 部分:煤样的制备(GB/T 19494.2—2004, ISO 13909-4:2001, NEQ)

GB/T 212 煤的工业分析方法(GB/T 212—2001, eqv ISO 11722:1999, eqv ISO 1171:1997, eqv ISO 562:1998)

3 方法提要

3.1 方法 A (两步法)

3.1.1 方法 A1:在氮气流中干燥

一定量的粒度 $<13\text{ mm}$ 的煤样,在温度不高于 40°C 的环境下干燥到质量恒定,再将煤样破碎到粒度 $<3\text{ mm}$,于 $(105\sim110)^{\circ}\text{C}$ 下,在氮气流中干燥到质量恒定。根据煤样两步干燥后的质量损失计算出全水分。

3.1.2 方法 A2:在空气流中干燥

一定量的粒度 $<13\text{ mm}$ 的煤样,在温度不高于 40°C 的环境下干燥到质量恒定,再将煤样破碎到粒度 $<3\text{ mm}$,于 $(105\sim110)^{\circ}\text{C}$ 下,在空气流中干燥到质量恒定。根据煤样两步干燥后的质量损失计算出全水分。

3.2 方法 B (一步法)

3.2.1 方法 B1:在氮气流中干燥

称取一定量的粒度 $<6\text{ mm}$ 的煤样,于 $(105\sim110)^{\circ}\text{C}$ 下,在氮气流中干燥到质量恒定。根据煤样干燥后的质量损失计算出全水分。

3.2.2 方法 B2:在空气流中干燥

称取一定量的粒度 $<13\text{ mm}$ (或 $<6\text{ mm}$)的煤样,于 $(105\sim110)^{\circ}\text{C}$ 下,在空气流中干燥到质量恒定。根据煤样干燥后的质量损失计算出全水分。

3.3 方法 C(微波干燥法)

称取一定量的粒度 $<6\text{ mm}$ 的煤样,置于微波炉内。煤中水分子在微波发生器的交变电场作用下,高速振动产生摩擦热,使水分迅速蒸发。根据煤样干燥后的质量损失计算出全水分(见附录 A)。

4 试剂

4.1 氮气(GB/T 8979):纯度 99.9%,含氧量小于 0.01%。

4.2 无水氯化钙(HGB 3208);化学纯,粒状。

4.3 变色硅胶(GB/T 7822);工业用品。

5 仪器设备(方法 A 和方法 B)

5.1 空气干燥箱:带有自动控温和鼓风装置,能控制温度在(30~40)℃和(105~110)℃范围内,有气体进、出口,有足够的换气量,如每小时可换气 5 次以上。

5.2 通氮干燥箱:带自动控温装置,能保持温度在(105~110)℃范围内,可容纳适量的称量瓶,且具有较小的自由空间,有氮气进、出口,每小时可换气 15 次以上。

5.3 浅盘:由镀锌铁板或铝板等耐热、耐腐蚀材料制成,其规格应能容纳 500 g 煤样,且单位面积负荷不超过 1 g/cm²。

5.4 玻璃称量瓶:直径 70 mm,高(35~40) mm,并带有严密的磨口盖。

5.5 分析天平:感量 0.001 g。

5.6 工业天平:感量 0.1 g。

5.7 干燥器:内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

5.8 流量计:量程(100~1 000) mL/min。

5.9 干燥塔:容量 250 mL,内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

6 样品

6.1 煤样

粒度<13 mm 的全水分煤样,煤样不少于 3 kg;粒度<6 mm 的煤样,煤样不少于 1.25 kg。

6.2 煤样的制备

6.2.1 粒度<13 mm 的全水分煤样按照 GB 474 或 GB/T 19494.2 的规定制备。

6.2.2 粒度<6 mm 的全水分煤样,用破碎过程中水分无明显损失¹⁾的破碎机将全水分煤样一次破碎到粒度<6 mm,用二分器迅速缩分出不少于 1.25 kg 煤样,装入密封容器中。

6.3 在测定全水分之前,应首先检查煤样容器的密封情况。然后将其表面擦拭干净,用工业天平称准到总质量的 0.1%,并与容器标签所注明的总质量进行核对。如果称出的总质量小于标签上所注明的总质量(不超过 1%),并且能确定煤样在运送过程中没有损失时,应将减少的质量作为煤样在运送过程中的水分损失量,计算水分损失百分率,并按 7.3 所述进行水分损失补正。

6.4 称取煤样之前,应将密封容器中的煤样充分混合至少 1 min。

7 测定步骤

7.1 方法 A(两步法)

7.1.1 外在水分(方法 A1 和 A2,空气干燥)

在预先干燥和已称量过的浅盘内迅速称取<13 mm 的煤样(500±10)g(称准至 0.1 g),平摊在浅盘中,于环境温度或不高于 40℃ 的空气干燥箱中干燥到质量恒定(连续干燥 1 h,质量变化不超过 0.5 g),记录恒定后的质量(称准至 0.1 g)。对于使用空气干燥箱干燥的情况,称量前需使煤样在试验室环境中重新达到湿度平衡。

按式(1)计算外在水分:

$$M_f = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

1) “水分无明显损失”是指破碎后的煤样全水分测定结果与破碎前的测定结果比较,经 t 检验无显著性差异,或虽有差异,但置信范围很小。

式中:

M_t ——煤样的外在水分,用质量分数表示,%;

m ——称取的<13 mm 煤样质量,单位为克(g);

m_1 ——煤样干燥后的质量损失,单位为克(g)。

7.1.2 内在水分(方法 A1,通氮干燥)

7.1.2.1 立即将测定外在水分后的煤样破碎到粒度<3 mm,在预先干燥和已称量过的称量瓶内迅速称取(10±1)g 煤样(称准至 0.001 g),平摊在称量瓶中。

7.1.2.2 打开称量瓶盖,放入预先通入干燥氮气并已加热到(105~110)℃的通氮干燥箱(5.2)中,氮气每小时换气 15 次以上。烟煤干燥 1.5 h,褐煤和无烟煤干燥 2 h。

7.1.2.3 从干燥箱中取出称量瓶,立即盖上盖,在空气中放置约 5 min,然后放入干燥器中,冷却到室温(约 20 min),称量(称准至 0.001 g)。

7.1.2.4 进行检查性干燥,每次 30 min,直到连续两次干燥煤样的质量减少不超过 0.01 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作为计算依据。内在水分在 2% 以下时,不必进行检查性干燥。

7.1.2.5 按式(2)计算内在水分:

$$M_{\text{inh}} = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

M_{inh} ——煤样的内在水分,用质量分数表示,%;

m_1 ——称取的煤样质量,单位为克(g);

m_2 ——煤样干燥后的质量损失,单位为克(g)。

7.1.3 内在水分(方法 A2,空气干燥)

除将通氮干燥箱改为空气干燥箱外,其他操作步骤同 7.1.2。

7.1.4 结果计算

按式(3)计算煤中全水分:

$$M_t = M_f + \frac{100 - M_f}{100} \times M_{\text{inh}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

式中:

M_t ——煤样的全水分,用质量分数表示,%;

M_f ——煤样的外在水分,用质量分数表示,%;

M_{inh} ——煤样的内在水分,用质量分数表示,%。

如试验证明,按 GB/T 212 测定的一般分析试验煤样水分(M_{ad})与按本标准测定的内在水分(M_{inh})相同,则可用前者代替后者;而对某些特殊煤种,按本标准测定的全水分会低于按 GB/T 212 测定的一般分析试验煤样水分,此时应用两步法测定全水分并用一般分析试验煤样水分代替内在水分。

7.2 方法 B(一步法):

7.2.1 方法 B1(通氮干燥)

7.2.1.1 在预先干燥和已称量过的称量瓶内迅速称取粒度<6 mm 的煤样(10~12)g(称准至 0.001 g),平摊在称量瓶中。

7.2.1.2 打开称量瓶盖,放入预先通入干燥氮气并已加热到(105~110)℃的通氮干燥箱(5.2)中,烟煤干燥 2 h,褐煤和无烟煤干燥 3 h。

7.2.1.3 从干燥箱中取出称量瓶,立即盖上盖,在空气中放置约 5 min,然后放入干燥器中,冷却到室温(约 20 min),称量(称准至 0.001 g)。

7.2.1.4 进行检查性干燥,每次 30 min,直到连续两次干燥煤样的质量减少不超过 0.01 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作为计算依据。

7.2.2 方法 B2(空气干燥)

7.2.2.1 粒度<13 mm 煤样的全水分测定

7.2.2.1.1 在预先干燥和已称量过的浅盘内迅速称取粒度<13 mm 的煤样(500±10)g,(称准至 0.1 g),平排在浅盘中。

7.2.2.1.2 将浅盘放入预先加热到(105~110)℃的空气干燥箱中,在鼓风条件下,烟煤干燥 2 h,无烟煤干燥 3 h。

7.2.2.1.3 将浅盘取出,趁热称量(称准至 0.1 g)。

7.2.2.1.4 进行检查性干燥,每次 30 min,直到连续两次干燥煤样的质量减少不超过 0.5 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作为计算依据。

7.2.2.2 粒度<6 mm 煤样的全水分测定

除将通氮干燥箱改为空气干燥箱外,其他操作步骤同 7.2.1。

7.2.3 结果计算:

按式(4)计算煤中全水分:

$$M_t = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

M_t ——煤样的全水分,用质量分数表示,%;

m ——称取的煤样质量,单位为克(g);

m_1 ——煤样干燥后的质量损失,单位为克(g)。

7.3 水分损失补正

如果在运送过程中煤样的水分有损失,则按式(5)求出补正后的全水分值。

$$M'_t = M_t + \frac{100 - M_t}{100} \times M_l \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中:

M'_t ——煤样的全水分,用质量分数表示,%;

M_l ——煤样在运送过程中的水分损失百分率,%;

M_t ——不考虑煤样在运送过程中的水分损失时测得的水分,用质量分数表示,%。

当 M_l 大于 1% 时,表明煤样在运送过程中可能受到意外损失,则不可补正,但测得的水分可作为试验室收到煤样的全水分。在报告结果时,应注明“未经水分损失补正”,并将容器标签和密封情况一并报告。

8 方法的精密度

全水分测定的重复性限如表 1 规定。

表 1 煤中全水分测定结果的精密度

全水分(M_t)/%	重复性限/%
<10	0.4
≥10	0.5

9 试验报告

试验报告应包含下列信息:

a) 试样编号;

- b) 依据标准;
- c) 结果计算;
- d) 与标准的偏离;
- e) 试验中观察到的异常现象;
- f) 试验日期。

人 性 别

(请填明性别)

作为全水质量(扣除干燥后)的灰

试验编号: () A

将称量好的试样放入称量瓶, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

, 将称量瓶取出, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

, 将称量瓶取出, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

, 将称量瓶取出, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

, 将称量瓶取出, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

试验编号: () A

将称量好的试样放入称量瓶, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

(1.1.1) 将称量好的试样放入称量瓶, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

, 将称量瓶取出, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

, 将称量瓶取出, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

, 将称量瓶取出, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

(1.1.1) 将称量好的试样放入称量瓶, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

, 将称量瓶取出, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

试验编号: () A

将称量好的试样放入称量瓶, 称量准确至 0.01 g, 将称量瓶放入烘箱中, 烘至恒重 (1.1.1)

附录 A

(规范性附录)

方法 C(微波干燥法)测定煤中全水分

A.1 仪器设备

A.1.1 微波干燥水分测定仪:微波辐射时间可控,煤样放置区微波辐射均匀,经试验证明测定结果与方法 B 中 <6 mm 煤样的测定结果一致。

A.1.2 玻璃称量瓶:同 5.4。

A.1.3 干燥器:同 5.7。

A.1.4 分析天平:同 5.5。

A.2 试验步骤

A.2.1 按微波干燥水分测定仪说明书进行准备和调节。

A.2.2 在预先干燥和已称量过的称量瓶内迅速称取粒度 <6 mm 的煤样(10~12)g(称准至 0.001 g),平摊在称量瓶中。

A.2.3 打开称量瓶盖,放入测定仪的旋转盘的规定区内。

A.2.4 关上门,接通电源,仪器按预先设定的程序工作,直到工作程序结束。

A.2.5 打开门,取出称量瓶,立即盖上盖,在空气中放置约 5 min,然后放入干燥器中,冷却到室温(约 20 min),称量(称准至 0.001 g)。如果仪器有自动称量装置,则不必取出称量。

A.3 结果计算

同 7.2.3,或从仪器的显示器上直接读取全水分值。