



中华人民共和国国家标准

GB/T 5450—1997

烟煤奥阿膨胀计试验

Audibert-Arnu dilatometer test of bituminous coal

1997-04-17 发布

1997-10-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
烟 煤 奥 阿 膨 胀 计 试 验
GB/T 5450—1997

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电 话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 25 千字
1997年10月第一版 1998年1月第二次印刷
印数 601 1 600

*

书号: 155066·1-14088 定价 12.00 元

*

标 目 319 046

前 言

本标准是根据国际标准 ISO 349—1975《硬煤——奥亚膨胀度试验》和 GB 483—87《煤炭分析试验方法一般规定》进行修订的,在技术内容上与 ISO 349 等效。

根据 GB/T 1.1—1993 和 GB 483—87 的规定,本次修订,对 GB/T 5450—85 中的主要技术内容未作变动,规范了标准格式,修改了有关术语、单位、符号,同时增加了前言部分,使修改后的标准更加合理并与 ISO 接轨。

本标准从生效之日起,同时代替 GB/T 5450—85。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国煤炭工业部提出。

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:煤炭科学研究总院北京煤化学研究所、鞍山热能研究所。

本标准主要起草人:安丰刚、于静莲、邓秀敏。

本标准委托煤炭科学研究总院北京煤化学研究所负责解释。

中华人民共和国国家标准

GB/T 5450—1997

烟煤奥阿膨胀计试验

代替 GB 5450—85

Audibert-Arnu dilatometer test of bituminous coal

1 范围

本标准规定了烟煤奥阿膨胀计试验的试验方法。

本标准适用于烟煤。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB 474—1996 煤样的制备方法

3 方法提要和术语

3.1 方法提要

将试验煤样按规定方法制成一定规格的煤笔,放在一根标准口径的管子(膨胀管)内,其上放置一根能在管内自由滑动的钢杆(膨胀杆)。将上述装置放在专用的电炉内,以规定的升温速度加热,记录膨胀杆的位移曲线。以位移曲线的最大距离占煤笔原始长度的百分数,表示煤样膨胀度(b)的大小。图1是一种典型的膨胀曲线。

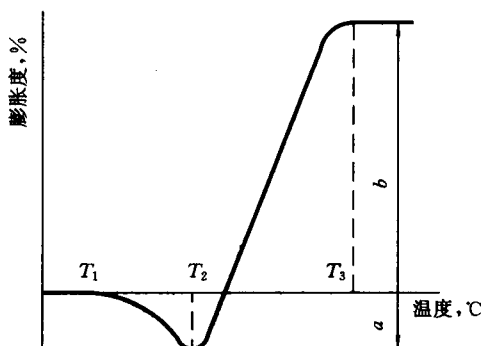


图 1

3.2 术语

本标准采用下列定义。

3.2.1 软化温度(T_1)

膨胀杆下降 0.5 mm 时的温度。

3.2.2 开始膨胀温度(T_2)

膨胀杆下降到最低点后开始上升时的温度。

3.2.3 固化温度(T_3)

膨胀杆停止移动时的温度。

3.2.4 最大收缩度(*a*)

膨胀杆下降的最大距离占煤笔长度的百分数。

3.2.5 最大膨胀度(*b*)

膨胀杆上升的最大距离占煤笔长度的百分数。

4 仪器设备

4.1 测试记录设备

4.1.1 膨胀管及膨胀杆(图2):膨胀管由冷拔无缝不锈钢管加工而成,其底部带有不漏气的丝堵。膨胀杆是由不锈钢圆钢加工而成。膨胀杆和记录笔的总质量应调整到 $(150\pm 5)\text{g}$ 。

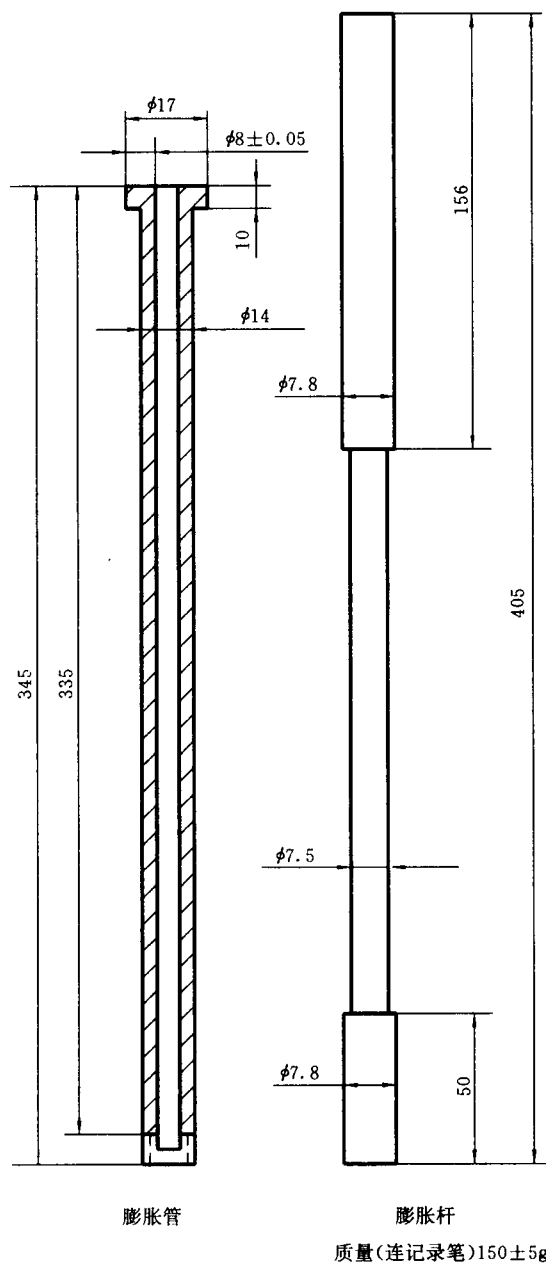
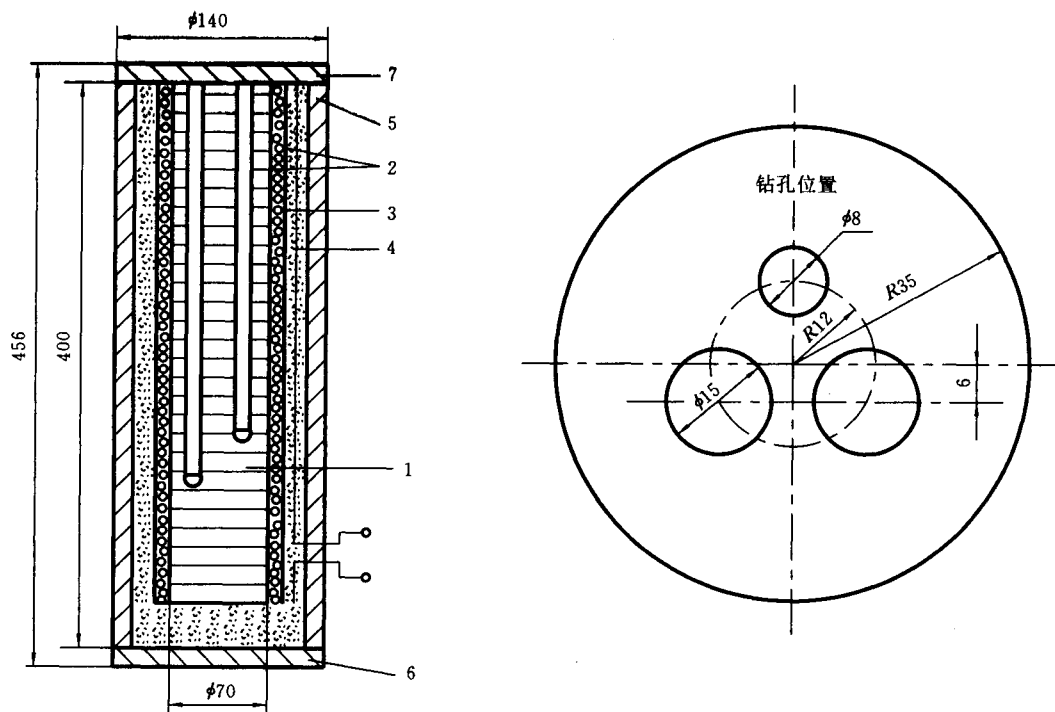


图2 膨胀管及膨胀杆

4.1.2 电炉(图3):电炉由带有底座、顶盖的外壳与一金属炉芯构成。炉芯由能耐氧化的铝青铜金属块制成,在金属块上包以云母,再绕上电炉丝,炉丝外面再包以云母。金属块上有二个直径15 mm、深350 mm的圆孔,用以插入膨胀管。另有直径8 mm、深320 mm的圆孔,用以放置热电偶。炉芯与外壳之

间充填保温材料。电炉的使用功率不应小于 1.5 kW, 以满足在 300~550℃ 范围内的升温速度不低于 5℃/min 的要求。电炉的使用温度为 0~600℃。



1—铝青铜块; 2—云母层; 3—电炉丝; 4—保温材料;
5—外壳; 6—电炉底座; 7—电炉顶盖

图 3 电炉

电炉丝的圈数(自上至下):

最初 10 mm 无炉丝

后 50 mm 20 圈

后 300 mm 52 圈 } 用直径 0.9~1.0 mm 的镍铬丝

后 30 mm 10 圈

最后 10 mm 无炉丝

电炉的温度场必须均匀。从膨胀管底部往上 180 mm 一段内平均温差应符合下列要求:

0~120 mm 一段 $\pm 3^{\circ}\text{C}$;

120~180 mm 一段: $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

4.1.3 程序控温仪和自动记录装置: 升温速度 3℃/min 时, 控温精度应满足 5 min 内温升 $(15 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ 要求。也可用电位差计(0.5 级)和调压器。

电位差计精度 0.5 级, 量程 0~24.902 mV, 调压的容量 3 kVA。

4.1.4 记录转筒: 周边速度应为 1 mm/min。

4.2 制备煤笔的设备

4.2.1 成型模及其附件(图 4): 内部光滑, 带有漏斗和模座。

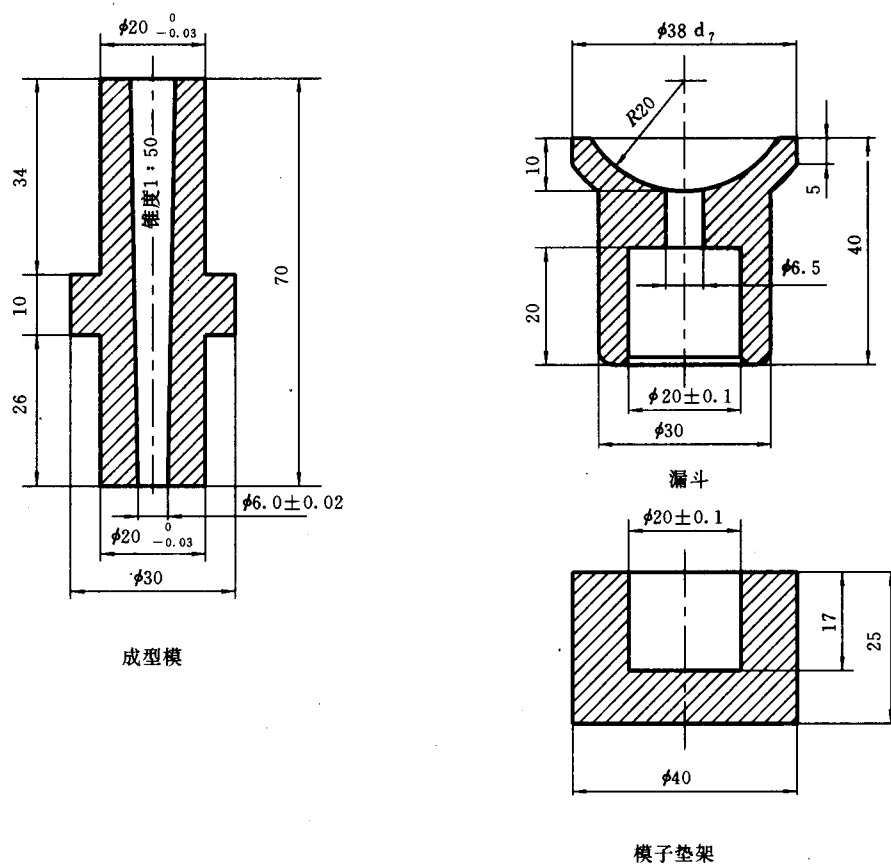


图 4 成型模及附件

4.2.2 量规(图 5):用以检查模子的尺寸。

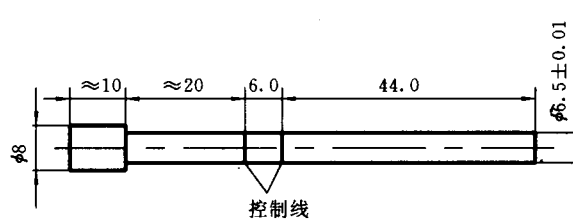


图 5 量规

4.2.3 成型打击器(图 6)。

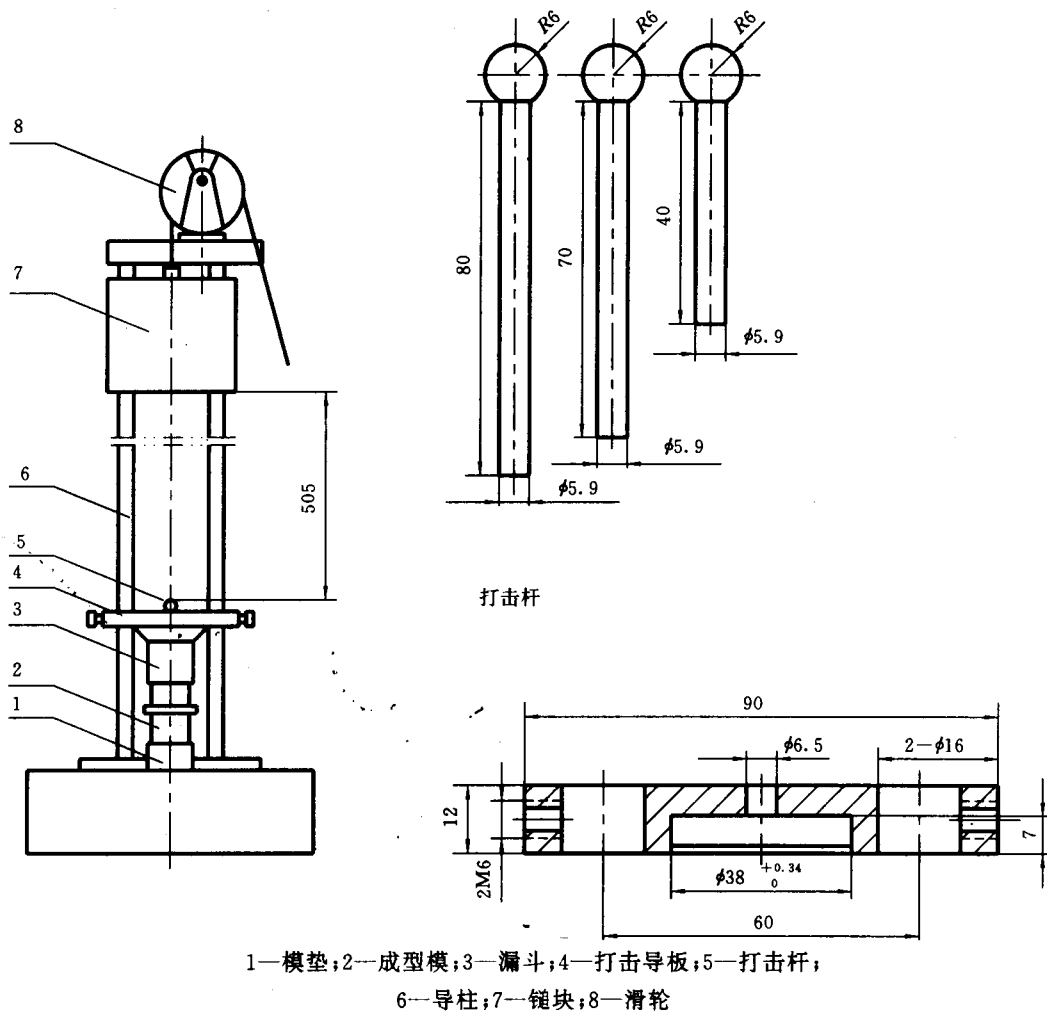
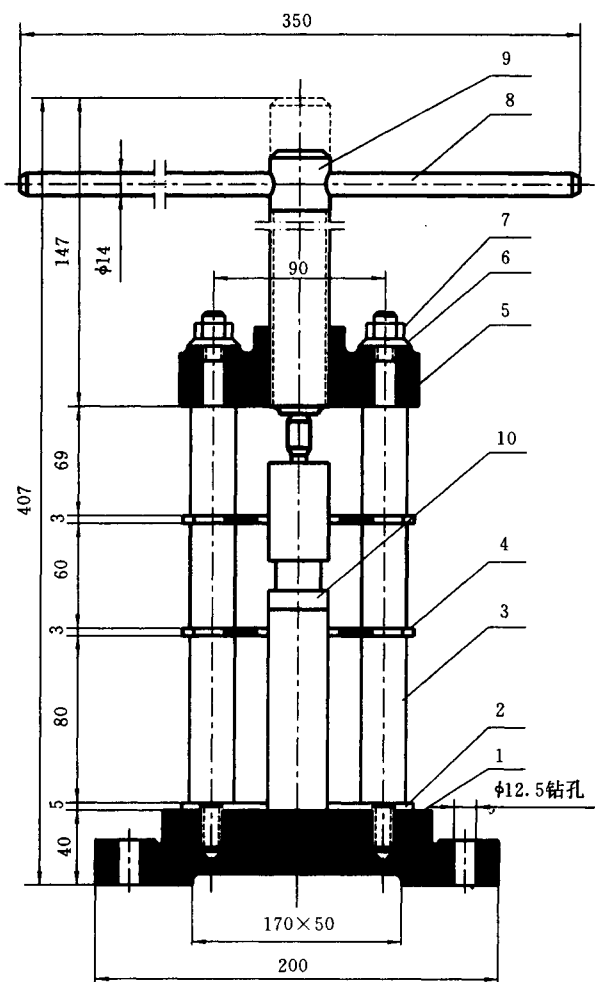


图 6 成型打击器及附件

4.2.4 脱模压力器及其附件(图 7 和图 8)。



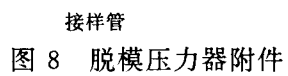
1—底座;2—定位板;3—支柱;4—支承板;5—上盖;6—垫圈;7—螺母;
8—手柄;9—丝杆;10—煤笔脱模筒装配简图

注: ① 用4个M12的螺栓将设备固定在操作台上使用的。

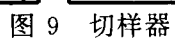
② 各个联结螺栓处必须拧紧,要牢固可靠才行。

③ 图位号2和图位号5的中心必须对准否则在脱模时有可能压坏脱模筒的某个零件。

图7 脱模压力器



4.2.5 切样器(图 9)



4.3 辅助用具

4.3.1 膨胀管清洁工具:由直径约 6 mm 头部呈斧型的金属杆、铜丝网刷和布拉刷组成。以便从膨胀管中挖出半焦。铜丝网刷由 80 目的铜丝网绕在直径 6 mm 的金属杆上,用以擦去粘附在管壁上的焦末。布拉刷由适量的纱布系一根金属丝构成。各清洁工具总长度不应小于 400 mm。

4.3.2 成型模清洁工具:由试管刷和布拉刷组成。试管刷直径 20~25 mm,布拉刷由适量的纱布系上一根长约 150 mm 的金属丝构成。

4.3.3 涂蜡棒:尺寸与成型模相配的金属棒。

4.3.4 托盘天平:最大称量 500 g,感量 0.5 g。

4.3.5 酒精灯。

4.4 仪器的校正和检查

4.4.1 炉孔温度的校正:

采用对比每一孔中膨胀计管内的温度与测温孔内的温度的办法来进行校正。

在试验所规定的升温速度下,使热电偶在膨胀管孔内的热接点与管底上部 30 mm 处的管壁接触,然后测量测温孔与膨胀管内的温度差。根据差值对试验时读取的温度进行校正。

4.4.2 电炉温度场的检查:

在电炉的测温孔及膨胀管内各置一热电偶,以 5℃/min 的升温速度加热,在 400~550℃ 范围内,每 5 min 记录一次两热电偶的差值。改变膨胀管内热电偶的位置,在膨胀管底部往上 180 mm 工具总长内,至少测定 0 mm、60 mm、120 mm、180 mm 四点。计算各点两电偶差值的平均值,各点之间平均值之差应符合 4.1.2 条规定。

4.4.3 成型模的检查:

可用量规检查试验中所用模子的磨损情况,同样也可用于检查新的模子。如果将量规从被检查模子的大口径一端插入,可以观察到:

- a) 有两条线时,则模子过小,应重新加工;
- b) 有一条线时,模子适合使用;
- c) 没有线时,则模子已磨损,应予以更换。

4.4.4 膨胀管的检查:

将已做了 100 次测定后的膨胀管及膨胀杆,与一套新的膨胀管和膨胀杆所测得的 4 个煤样结果相比较。如果平均值大于 3.5(不管正负号),则弃去旧管、旧杆(标准附录 A)。如果膨胀管、膨胀杆仍然适用,则以后每测定 50 次再重新检查。

5 试样的制备和贮存

5.1 按 GB 474 将 3 mm 的空气干燥煤样,破碎至通过 0.2 mm 筛子。制备时应控制试样的粒度组成符合下列要求:

- <0.20 mm:100%
- <0.10 mm:70~85%
- <0.06 mm:55~70%

煤粒过细或过粗都会影响测定结果。

5.2 由于煤的氧化对膨胀度的测定结果影响很大,试样必须妥善保存,尽量减少与空气的接触,一般应装在带磨口的玻璃瓶中,且放在阴凉处。试验应在制样后 3 d 内完成。若不能在 3 d 内完成,试样应放在真空干燥器或氮气中贮存或将煤样瓶封闭好贮放在冰箱中冷藏,且不超过一周,否则作废。

6 试验步骤

6.1 煤笔的制备

用布拉刷擦净成型模(4.2.1),并用涂蜡棒(4.3.3)在成型模内壁上涂上一薄层蜡。称取制备好的试

样 4 g,放在小蒸发皿中,用 0.4 mL 水润湿试样,迅速混匀,并防止有气泡存在。然后将模子的小口径一端向下,放置在模座(图 4)上,并将漏斗图 4 套在大头上。用牛角勺将试样顺着漏斗的边拨下,直到装满模子,将剩余的试样刮回皿中。将打击导板水平压在漏斗上,用打击杆(4.2.3)沿垂直方向压实试样(防止试样外溅或卡住打击杆)。

将整套成型模放在打击器(4.2.3)下,先用长打击杆打击 4 下,然后再加入试样再打击 4 下;依次使用长、中、短三种打击杆各 2 次(每次 4 下共 24 下)。

移开打击导板和漏斗,取下成型模,将出模导器(图 8)套在相对应的模子小口径的一端,将接样管(图 8)套在模子的另一端,再将出模活塞插入出模导器。然后将这整套装置置于脱模压力器(4.2.4)中,用压力器将煤笔推入接样管中。当推出有困难时,须将出模活塞取出擦净。当无法将煤笔推出时,须用铝丝或铜丝将模子中煤样挖出,重新称取试样制备煤笔(遇到脱模困难的煤,应适当增加水量)。

将装有煤笔的接样管放在切样器槽(4.2.5)中,用打击杆将其中的煤笔轻轻地推入切样器的煤笔槽中,在切样器中部插入固定片使煤笔细的一端与其靠紧,用刀片将伸出煤笔槽部分的煤笔(即长度大于 60 mm 的部分)切去。煤笔长度要调整到 (60 ± 0.25) mm。

将制备好的煤笔从膨胀管的下端轻轻推入膨胀管中(小头向上),再将膨胀杆慢慢插入膨胀管中。当试样的最大膨胀度超过 300%时,改为半笔试验,即将 60 mm 长的煤笔从两头各切掉 15 mm,留下中间的 30 mm 进行试验。

6.2 膨胀度的测定

将电炉预先升至一定温度,其预升温度根据试样挥发分大小可有所不同,如表 1 所示:

表 1

$V_{\text{daf}}, \%$	预升温度, $^{\circ}\text{C}$
<20	380
20~26	350
>26	300

将装有煤笔的膨胀管放入电炉孔内,再将记录笔固定在膨胀杆的顶端,并使记录笔尖与转筒上的记录纸接触。调节电流使炉温在 7 min 内恢复到入炉时温度。然后以 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速度升温。必须严格控制升温速度,满足每 5 min 温升 $(15 \pm 1)^{\circ}\text{C}$ 的要求,每 5 min 记录一次温度。

待试样开始固化(膨胀杆停止移动)后,继续加热 5 min,然后停止加热。并立即将膨胀管和膨胀杆从炉中取出,分别垂直放在架子上(不能平放,以免膨胀管、膨胀杆变形)。

6.3 膨胀管和膨胀杆的清洁

6.3.1 膨胀管

卸去管底的丝堵,用头部呈斧形的金属杆除去管内的半焦,然后用铜丝网刷清除管内残留的半焦粉,再用布拉刷擦净,直到内壁光滑明亮为止。当管子不易擦净时,可用粗苯或其他适当的溶剂装满管子,浸泡数小时后再清擦。

6.3.2 膨胀杆

用细砂纸,擦去粘附在膨胀杆上的焦油渣,并注意不要将其边缘的棱角磨圆。最后检查膨胀杆能否在膨胀管中自由滑动。

7 结果的表述

根据记录曲线(图 10),算出下面五个基本参数:

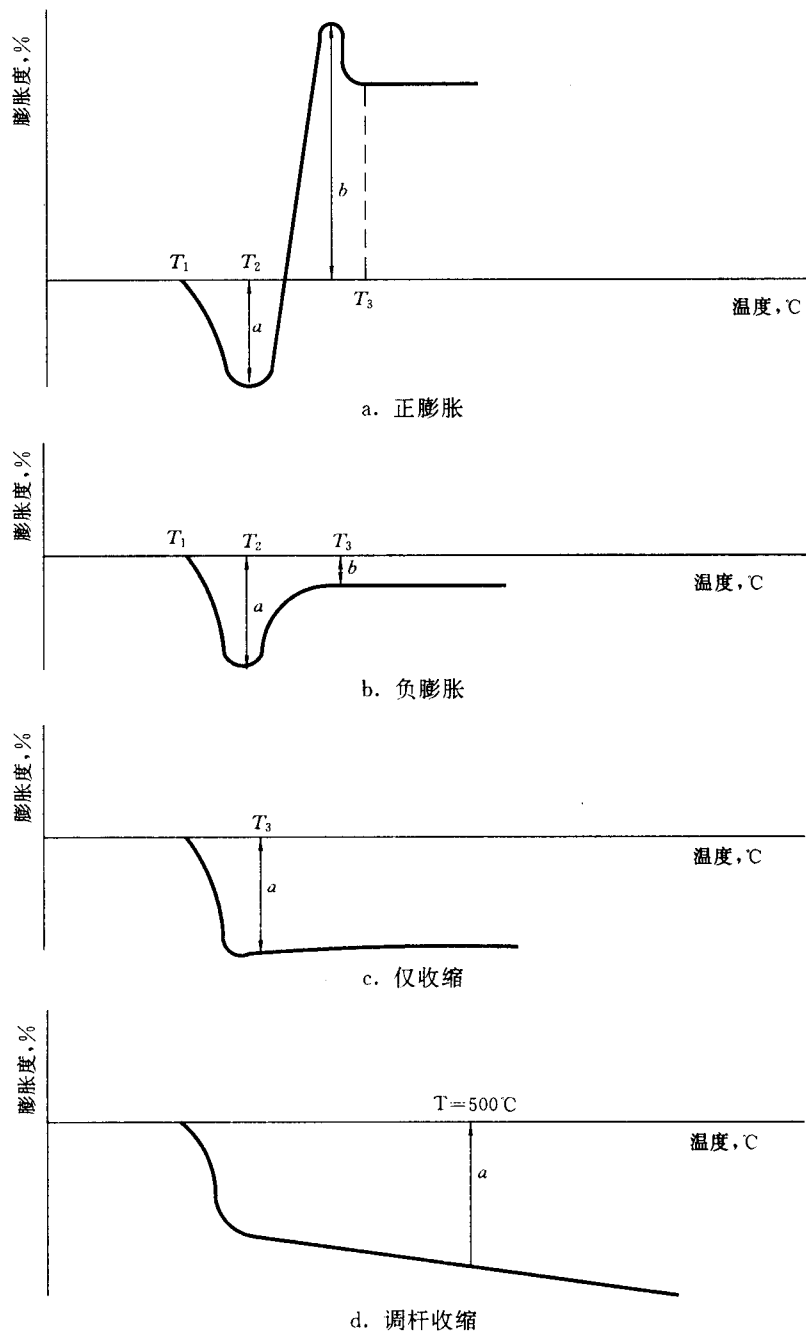


图 10 典型膨胀曲线

软化温度(T_1);

开始膨胀温度(T_2);

固化温度(T_3);

最大收缩度(a);

最大膨胀度(b)。

若收缩后膨胀杆回升的最大高度低于开始下降位置,则膨胀度按膨胀杆的最终位置与开始下降位置间的差值计算,但应以负值表示(见图 10b);若收缩后膨胀杆没有回升,则最大膨胀率以“仅收缩”表示(图 10c);如果最终的收缩曲线不是完全水平的,而是缓慢向下倾斜(见图 10d),规定以 500℃ 处的收缩值报出。

试验结果均取两次重复测定的算术平均值,计算结果修约到小数后一位,报出结果取整数。

8 方法精密度

烟煤奥阿膨胀度测定方法的重复性和再现性如下表规定。

参数	重复性限	再现性临界差
软化温度(T_1) 开始膨胀温度(T_2), °C 固化温度(T_3)	7	15
膨胀度 b	$5\left(1+\frac{\bar{b}}{100}\right)$	$5\left(2+\frac{\bar{b}}{100}\right)$

附录 A

(标准的附录)

膨胀管和膨胀杆的检查

在一对膨胀管和膨胀杆进行 100 次测定以后,与一对新的膨胀管和膨胀杆,用 4 个煤样重复进行 4 次测定,并按式(A1)计算比值 X :

$$X = \frac{b_0 - b_n}{1 + \frac{b_n}{100}} \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: b_0 ——用旧管旧杆测定的膨胀度, %;

b_n ——用新管新杆测定的膨胀度, %。

如果 4 个煤样的 X 值(考虑正负号)的平均值绝对值超过 3.5,旧管、旧杆应更换。

例 1:

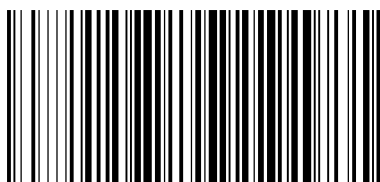
煤	b_0	b_n	$b_0 - b_n$	X
A	100	113	-13	-6.1
B	13	17	-4	-3.4
C	61	59	2	1.3
D	45	55	-10	-6.4

X 平均值 = -3.6, 因此旧管应更换。

例 2:

煤	b_0	b_n	$b_0 - b_n$	X
E	54	56	-2	-1.3
F	81	80	-1	0.6
G	109	117	-8	-3.7
H	40	44	-4	-2.8

X 平均值 = -1.8, 因此旧管、旧杆还可以再作 50 次测定,然后再重新检查。



GB/T 5450-1997

版权专有 不得翻印

*

书号:155066·1-14088

定价: 12.00 元

*

标目 319—046