



中华人民共和国国家标准

GB/T 5448—1997
eqv ISO 501—1981(E)

烟煤坩埚膨胀序数的测定 电加热法

Determination of the crucible
swelling number of bituminous coal
—Electrical heating

1997-04-17 发布

1997-10-01 实施

国家技术监督局 发布

前 言

本标准是根据国际标准 ISO 501—1981《煤——坩埚膨胀序数的测定》和 GB 483—87《煤质分析试验方法一般规定》对 GB/T 5448—85《烟煤自由膨胀序数测定方法 电加热法》修订的。在修订中保留了 GB/T 5448—85 中的主要技术内容。

ISO 501—1981 中有两种加热方式：煤气加热和电加热。这两种加热方法是等效的。考虑到我国的实际情况，本标准规定使用电加热法。在技术内容上本标准与该国际标准等效。

本标准自生效之日起，同时代替 GB/T 5448—85。

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：秦皇岛商检局、连云港商检局、开滦矿务局、枣庄矿务局、北京煤化学研究所。

本标准主要起草人：刘良驹、秦镜莹、段世慈。

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

烟煤坩埚膨胀序数的测定 电加热法

GB/T 5448—1997

代替 GB 5448—85

Determination of the crucible
swelling number of bituminous coal
—Electrical heating

1 范围

本标准规定了坩埚膨胀序数的测定方法、仪器设备、试验步骤和结果表述。
本标准适用于烟煤。

2 引用标准

下列标准包含的条文,通过在本标准中引用而构成本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。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

将煤样置于专用坩埚中,按规定的程序加热到 $(820\pm 5)^{\circ}\text{C}$ 。所得焦块和一组带有序号的标准焦块侧形相比较,以最接近的焦型序号作为坩埚膨胀序数。

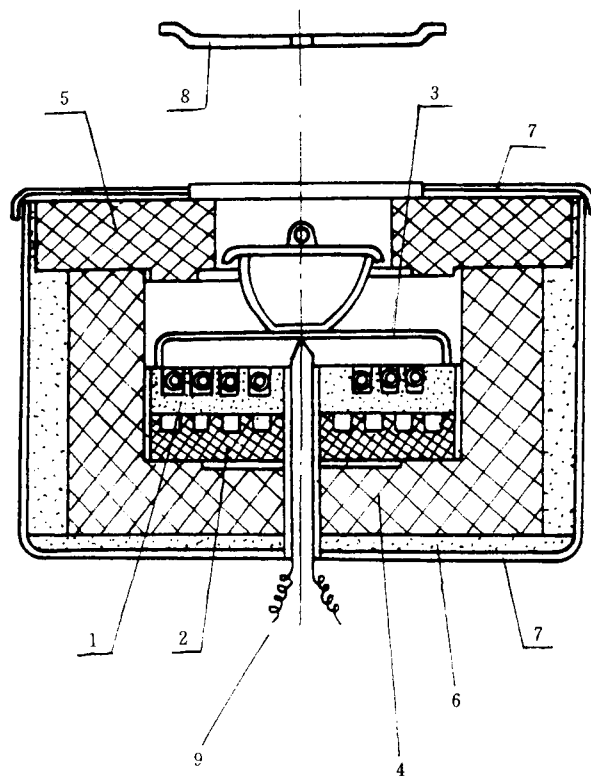
4 仪器设备

4.1 电加热炉(见图1)。

电加热炉结构如下:在一个直径为100 mm,厚13 mm的带槽耐火板(1)上,绕一功率为1 000 W的镍铬丝线圈。耐火板放在一个规格相同的板(2)上,板(1)上扣着一个壁厚1 mm、高10 mm、外径85 mm的石英皿(3),用来放置坩埚。

上述加热部分置于一个直径140 mm,上有一个深60 mm、直径105 mm的槽的耐火砖(4)中,上方用一块20 mm厚的耐火板(5)覆盖。板的中心有一个直径50 mm的孔,以便放入坩埚。整个耐火砖放在(3~5) mm厚的石棉板(6)上,在砖四周与炉壳(7)之间,充填保温材料。炉的顶部有一耐火盖(8),底部开一个孔。将测温热电偶(9)从孔中插入至其热接点正好与石英皿内表面接触。

电加热炉配有合适的变压器和电流表。



1,2,5—耐火板;3—石英皿;4—耐火砖;6—石棉板;
7—炉壳;8—耐火盖;9—热电偶

图 1 电加热炉

4.2 坩埚和坩埚盖(见图 2)。

由耐高温(大于 1 000℃)的瓷或石英制成,规格如下:

4.2.1 坩埚:顶部外径(41 ± 0.75)mm;底部内径不小于 11 mm;总高(26 ± 0.5)mm;容积(16~17.5)mL;质量(11~12.75)g。

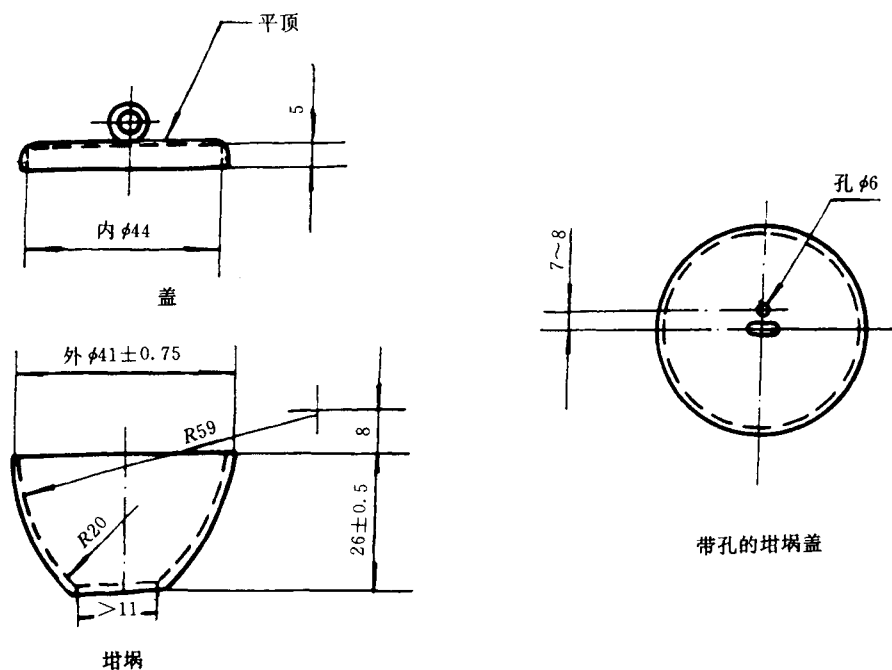


图 2 坩埚和坩埚盖

- 4.2.2 坩埚盖:内径 44 mm;高 5 mm。
- 4.2.3 带孔的坩埚盖:尺寸同上,有一个直径 6 mm 的圆孔,供插热电偶用。
- 4.3 热电偶:铠装镍铬电偶,2 支。
- 4.4 天平:感量 0.01 g。
- 4.5 秒表。
- 4.6 重物:500 g 平底砝码。
- 4.7 焦块观测筒(见图 3)。

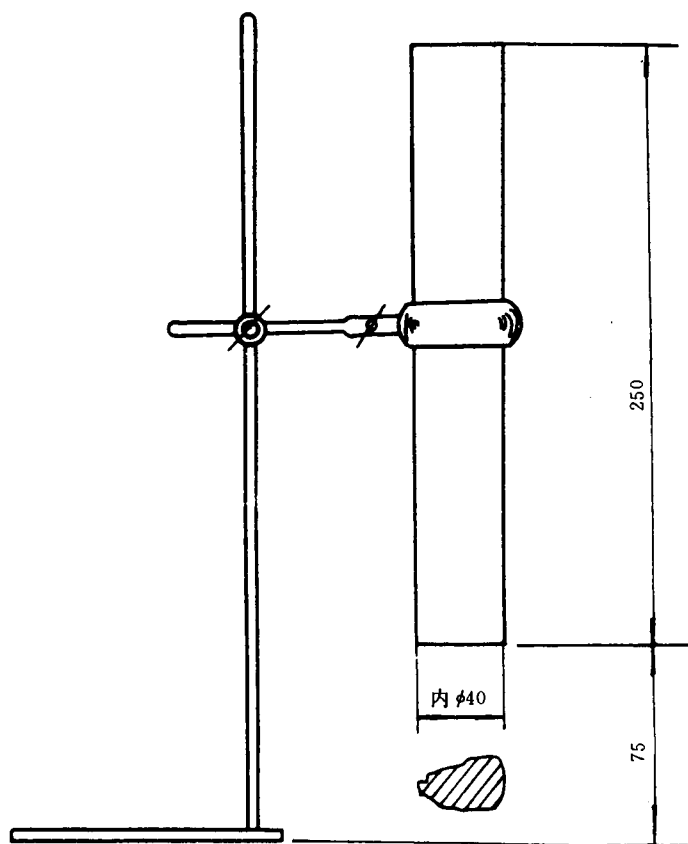


图 3 焦块观测筒

5 试验准备

5.1 试样制备:按 GB 474 规定制备粒度在 0.2 mm 以下的空气干燥煤样。制样中应防止煤样研磨过细。试样制备后应尽快试验,否则应密封冷藏,并且试验周期不得超过 3 d。

5.2 仪器调试:将电加热炉通电,加热到约 850℃并恒温。打开炉盖,将一个冷的空坩埚放入炉膛内石英皿的中心部位(同时启动秒表计时),立即盖上带孔的坩埚盖,随即将热电偶通过盖孔插入坩埚,并使其热接点压紧在坩埚底部的内表面上,在不盖电炉盖条件下观察升温情况。如坩埚内底部温度在冷坩埚放入后 1.5 min 内达到 $(800 \pm 10)^\circ\text{C}$, 2.5 min 内达到 $(820 \pm 5)^\circ\text{C}$,则记下炉温及电流电压调整方法,进行试验时,按此法控制。如不能达到上述要求时,则调整电压、电流和炉温,直到达到上述要求为止。

6 试验步骤

6.1 称取 $(1 \pm 0.01)\text{g}$ 空气干燥煤样,放入坩埚中并晃平,然后在厚度不小于 5 mm 的胶皮板上,用手的五指向下抓住装有煤样的坩埚,提起约 15 mm 高度,然后放手使之自由落下。如是落下共 12 次(每落

下一次将坩埚旋转一个角度)。

6.2 打开炉盖,将装有煤样的坩埚放入已加热至预定温度的炉内石英皿的中心部位,立即用不带孔的坩埚盖盖住(同时启动秒表计时),直到挥发物逸尽,但不得少于 2.5 min。然后将坩埚取出。此过程不盖电炉盖。

6.3 每个煤样相继试验 5 次,在两次试验间隙,应把电加热炉盖好,以免热量散失。

6.4 5 次试验完毕后,小心地将坩埚中的焦渣倒出,待焦渣冷却至室温后测定焦型。

6.5 用灼烧的方法除去坩埚和坩埚盖上的残留物,并用洁布擦净。

7 结果表述和报告

7.1 煤样的坩埚膨胀序数表述如下:

- a) 膨胀序数 0:焦渣不粘结或成粉状。
- b) 膨胀序数 $1\frac{1}{2}$:焦渣粘结成焦块而不膨胀,将焦块放在一个平整的硬板上,小心地加上 500 g 重荷,即粉碎。
- c) 膨胀序数 1:焦渣粘结成焦块而不膨胀,加上 500 g 重荷后,压不碎或碎成 2~3 个坚硬的焦块。
- d) 膨胀序数 $1\frac{1}{2}\sim 9$:焦渣粘结成焦块并且膨胀,将焦块放在焦饼观测筒下,旋转焦块,找出最大侧形,再与一组带有序号的标准焦块侧形(见图 4)进行比较,取最接近的标准侧形的序号为其膨胀序数。

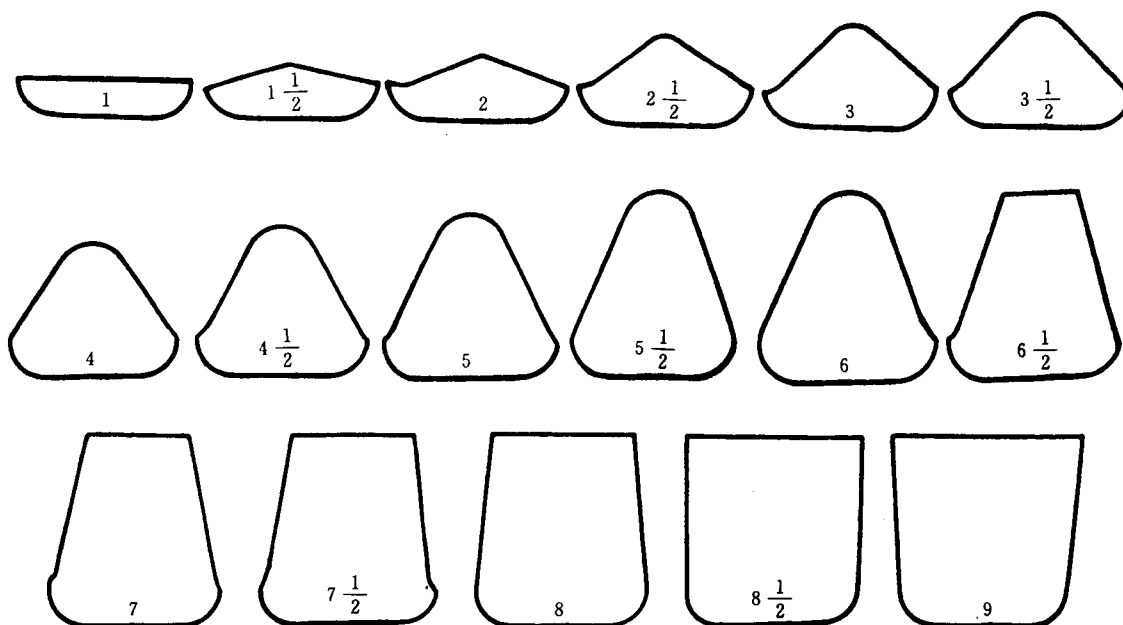


图 4 标准焦块侧形图及其相应的坩埚膨胀序数

7.2 结果报告:

同一煤样的 5 次试验结果如果不超差,则取 5 次结果的平均值,修约到 $1/2$ 个单位报出,小数点后的数字 2 舍 3 入(即 2 舍为 0,3 入为 5)。如果结果超差,应重新试验。

8 方法精密度

重复性限:同一试验室 5 次测定极差不得大于 1 个单位。

再现性临界差:不同试验室多次测定平均值间相差不得大于 $1\frac{1}{2}$ 个单位。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
烟煤坩埚膨胀序数的测定
电 加 热 法

GB/T 5448—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 3/4 字数 8千字

1997年10月第一版 1998年4月第三次印刷

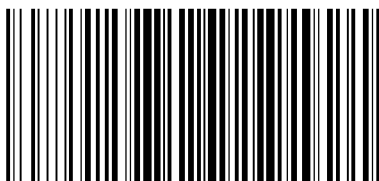
印数 1 301—2 800

*

书号: 155066·1-14086 定价 10.00 元

*

标 目 318—045



GB/T 5448—1997