

ICS 73.040
D 21



中华人民共和国国家标准

GB 4632—1997

煤的最高内在水分测定方法

Determination of moisture-holding capacity of coal

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 1018—1975《硬煤——最高内在水分测定方法》和 GB 483—87《煤炭分析试验方法一般规定》进行修定的,在技术内容上与 ISO 1018 常压法等效。

根据 GB/T 1.1—93 和 GB 483—87 的规定,本标准在修订中,保留了 GB 4632—84 中的主要技术内容,修改了有关的术语和符号,同时增加了前言部分,使修改后的标准更加合理。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 4632—84。

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、东煤公司煤田地质局制化厂、内蒙煤田地质研究所。

本标准主要起草人:马尊美、张颖欣。

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 4632—1997

煤的最高内在水分测定方法

代替 GB 4632—84

Determination of moisture-holding capacity of coal

1 范围

本标准规定了煤的最高内在水分常压测定方法、仪器设备、测定步骤、结果表述。
本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

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/T 212—1996 煤的工业分析方法

GB 474—1996 煤样的制备方法

GB 475—1996 商品煤样采取方法

GB 482—1995 煤层煤样采取方法

3 方法要点

煤样达到饱和吸水后,用恒湿纸除去大部分外在水分,在温度 30℃、相对湿度 96%和常压下达达到湿度平衡,然后在 105~110℃下干燥,以其质量损失百分数表示最高内在水分。

4 试剂

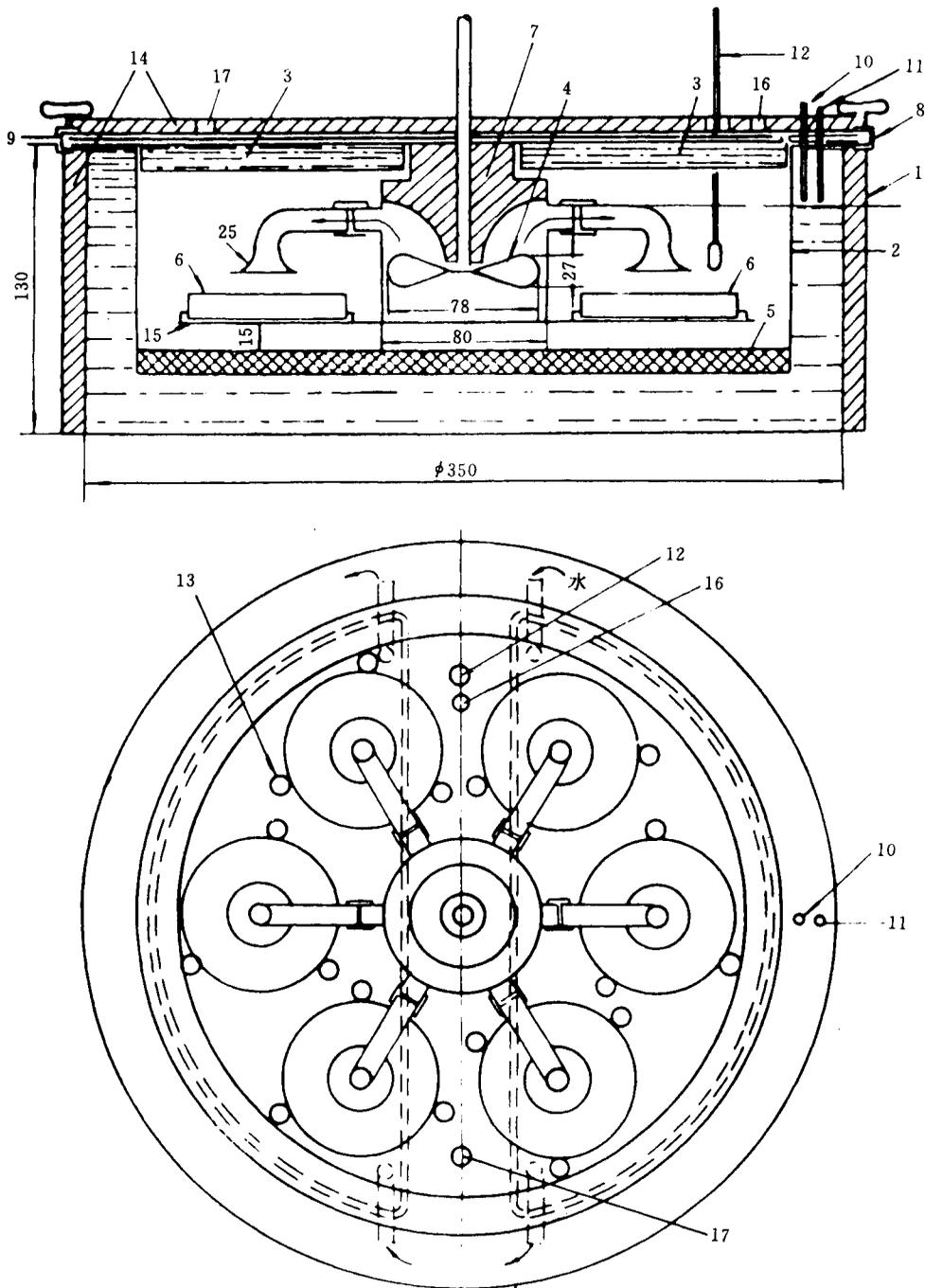
4.1 硫酸钾结晶及其饱和溶液:以 10 g 化学纯的硫酸钾(HG 3—920)与 3 mL 水的比例混合。

4.2 氮气:纯度 99.9%,氧含量小于 100 $\mu\text{L/L}$ 。

4.3 干燥剂:无水硅胶或其他干燥剂。

5 仪器设备

5.1 充氮常压法最高内在水分测定仪(简称调湿器,图 1):要求温度能保持在 $(30 \pm 0.1)^\circ\text{C}$,并能连续运转 3 昼夜以上。



1—水槽外壳；2—调湿器壁，由铜板制成；3—双重盖，可泵入循环水；4—螺旋桨，角度 $15^{\circ}\sim 20^{\circ}$ ；5—硫酸钾结晶及其饱和溶液；6—称量瓶；7—塞状气体循环器，由黄铜制；8—螺旋夹；9—橡皮衬垫；10—加热器；11—温度控制器，由水银接点温度计、晶体管继电器和电磁阀组成；12—温度计，分度为 $1/10^{\circ}\text{C}$ ；13—称量瓶定位销；14—泡沫塑料；15—称量瓶托架；16、17—氮气出、入口

图1 充氮常压法最高内在水分测定仪

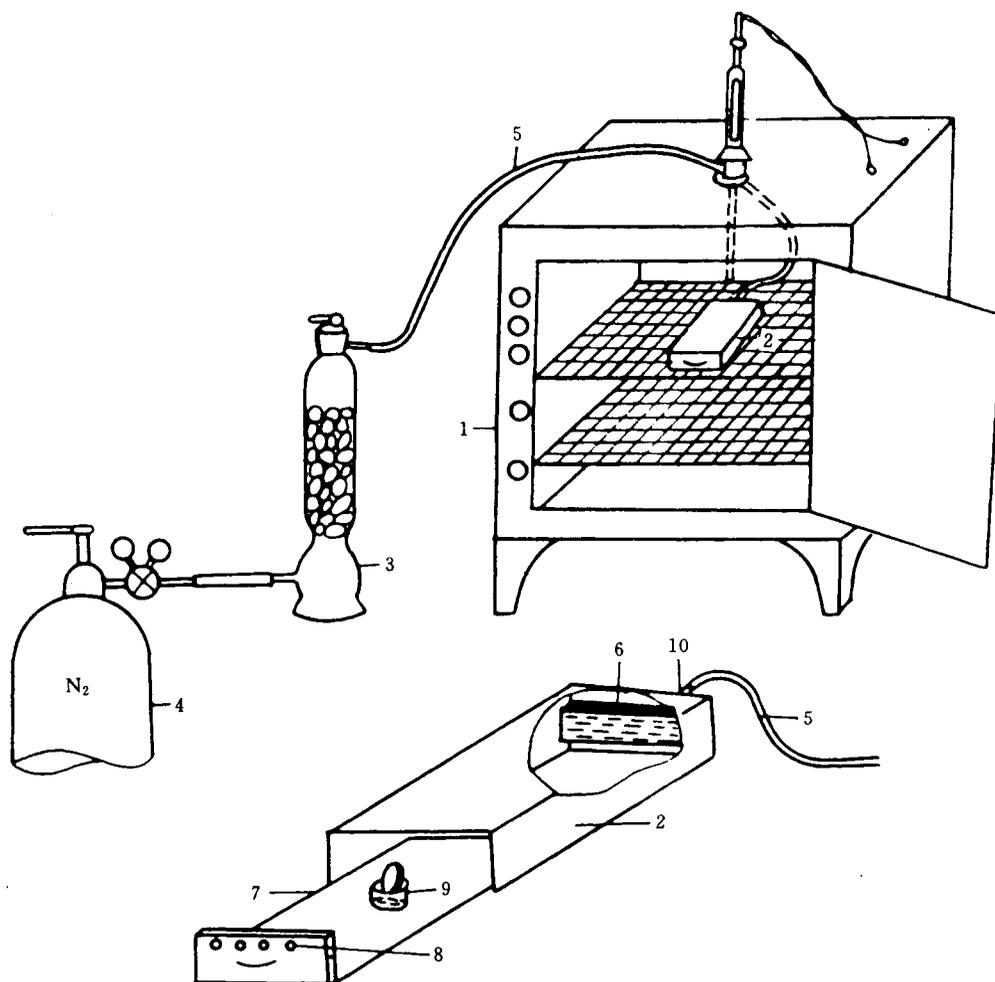
5.2 振荡器:频率 240/min,振幅 40 mm。

5.3 充氮干燥箱。

以下两种任选一种:

5.3.1 小空间干燥箱:箱体严密,具有较小的自由空间,有氮气进口、出口,并带有自动控温装置,能保持温度 105~110℃ 范围内。

5.3.2 普通干燥箱(见图 2):能控温在 105~110℃,恒温区内安装一金属盒,尺寸为 200 mm×100 mm×60 mm。盒内有一能容纳 6 个称量瓶的托盘。盒的一端设有氮气入口,用一根硅胶管与氮气钢瓶相连,入口处用数层铜网遮住,以便分散气体;另一端设有小门,以便使托盘自由出入并可作为氮气出口。



1—烘箱;2—金属盒;3—干燥塔;4—氮气瓶;5—硅胶管;6—孔径 0.25 mm 的铜网;
7—金属托盘;8—氮气出口;9—样皿;10—氮气入口

图 2 充氮干燥箱

5.4 天平:感量 0.1 mg。

5.5 水浴:能保持温度(30±1)℃。

5.6 真空泵:抽气量 1 L/s。

5.7 吸滤瓶:3 L。

5.8 布氏漏斗:直径 100 mm。

5.9 锥形瓶:250 mL。

- 5.10 标准筛:孔径为 0.60 mm 及 0.45 mm 的筛子各一个。
- 5.11 恒湿纸:将定性滤纸切成约 10 mm×10 mm,使用时往纸上喷些水,使其含水量约为 13%~15%。
- 5.12 潮湿箱:体积约 250 mm×250 mm×150 mm 的带盖木箱,箱内四周衬两层草板纸或定性滤纸。使用时用水浸湿,箱底铺三层潮湿的道林纸。
- 5.13 称量瓶:直径约 50 mm,高约 30 mm,并带有严密的磨口盖。

6 煤样的采制

按照 GB 482、GB 475 采样,所采集的煤样应装入密闭的容器中,及时送往化验室。按照 GB 474 将煤样粉碎到粒度小于 0.2 mm,粉碎时要求使用对辊磨、球磨机或在粉碎过程中不发热和不产生过多粉末的粉碎机。如果煤样太湿,可于室内摊成薄层晾干,不可烘烤或日晒。

7 测定步骤

7.1 仪器的准备

往调湿器(5.1)底部放置 15 mm~20 mm 厚的硫酸钾结晶及其饱和溶液的混合物(4.1),并往水槽里注入足够量的水,然后按图 1 装好,并启动仪器,使调湿器内的温度维持(30±0.1)℃。

7.2 煤样的预处理

取煤样约 20 g 于锥形瓶(5.9)里,并注入 100 mL 水,将瓶子振荡器(5.2)上振荡 30 min,然后在(30±1)℃的水浴(5.5)中浸泡 3 h,其间要摇动几次,取出瓶,将煤样倾入铺有滤纸的布氏漏斗(5.8)中,用真空泵(5.6)抽滤到煤样刚露出水面为止。照此操作继续用水冲洗 2 次,每次约 25 mL,然后用样铲轻轻将煤样混合均匀,从中取出约 4 g 煤样(其余用滤纸包住并用水浸湿,储于密闭的容器里备用),用双层滤纸包裹,用手用力攥一下放在潮湿箱(5.12)内的上筛上。箱内放两个筛子,上面的孔径为 0.60 mm,下面的孔径为 0.45 mm,筛上各放一些恒湿纸(5.11)。然后将煤样与恒湿纸混合,并使煤团散开落在下面的筛子上,再重复同样操作,直至煤样落在箱底道林纸上。从中取出 1 g~2 g 煤样,放入已知质量的称量瓶(5.13)中,摊平,置于调湿器内。

7.3 湿度的调节

将称量瓶放在调湿器内的称量瓶托架上,称量瓶由固定销定位(处于气体循环器喇叭口正下方),打开称量瓶盖。盖上调湿器,并使之气密,启动螺旋桨,并以 1 L/min 的流速通氮气 10 min,然后关闭氮气入口。记录调湿开始时间,待运转到煤样达到湿度平衡¹⁾时。打开调湿器盖,立刻盖严称量瓶,取出,擦净称量瓶,于室温下放置 5 min,然后称量(称准到 0.2 mg)。

7.4 水分的测定

7.4.1 使用小空间充氮干燥箱:

按照 GB 212 中第 2.1.4 款进行恒湿后煤样的水分测定。

7.4.2 使用普通干燥箱:按图 2 将金属盒安装在干燥箱内 105~110℃的恒温区中,并往盒内以 350 mL/min 的流速通氮气,然后将称量瓶盖半启放在盒内的托盘上,使煤样在氮气流中干燥 1.5 h~2 h。取出称量瓶并盖严,于室温下冷却 5 min,再移入干燥器内放置 15 min,称量(称准到 0.2 mg),以后再以同样手续进行检查性干燥试验,每次 30 min,直到相邻两次质量差不超过 1 mg,或质量开始增加为止。在后一种情况下用质量增加前的质量作为计算依据。

1) 第一次恒湿 24 h 称量一次,以后每恒湿 6 h 称量一次,直到相邻两次质量差不超过称样量的 0.3%,即为达到湿度平衡。为了便于试验,应将同煤种同批进行,平衡时间烟煤和无烟煤一般需要 24 h,褐煤 24~48 h。

8 结果表述

8.1 所测煤样的最高内在水分为：

$$\text{MHC} = \frac{m_2 - m_3}{m_2 - m_1} \times 100$$

式中：MHC——煤样的最高内在水分，%；

m_1 ——称量瓶及其盖的质量，g；

m_2 ——湿度平衡后煤样、称量瓶及其盖的质量，g；

m_3 ——干燥后煤样、称量瓶及其盖的质量，g。

8.2 两次重复测定结果的平均值(取小数后一位)作为报告值。

9 方法精密度

最高内在水分测定的重复性和再现性如下表所示。

最高内在水分，%	重复性限	再现性临界差
MHC	0.5	1.2

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
煤的最高内在水分测定方法
GB 4632—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 9千字
1997年10月第一版 1998年4月第三次印刷
印数 1 101—3 100

*

书号: 155066·1-14084 定价 10.00 元

*

标 目 318—042



GB 4632—1997