



中华人民共和国国家标准

GB/T 1341—2007
代替 GB/T 1341—2001

煤的格金低温干馏试验方法

Gray-King assay of coal

(ISO 502:1982, Coal—Determination of caking power—
Gray-King coke test, 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

前 言

本标准对应于国际标准 ISO 502:1982《煤——结焦性的测定——格金焦型试验》。

本标准与 ISO 502:1982 的一致程度为非等效,主要技术性差异如下:

——增加了半焦产率、焦油和热解水的测定;

——对电极炭的质量要求略有变化。

本标准代替 GB/T 1341—2001《煤的格金低温干馏试验方法》。

与 GB/T 1341—2001 相比,本标准仅在“规范性引用文件”中增加了 GB/T 19494.2“煤炭机械化采样 第 2 部分:煤样的制备”,并对部分书写格式和文字做了修改。

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:王丽华、邓秀敏。

本标准委托煤炭科学研究总院煤炭分析实验室解释。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 1341—1977、GB 1341—1987、GB/T 1341—2001。

煤的格金低温干馏试验方法

1 范围

本标准规定了煤的格金低温干馏试验的方法原理、仪器设备、试验步骤、结果表述和方法精密度。
本标准适用于褐煤和烟煤。

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/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)

GB 474 煤样的制备方法

GB/T 5448 烟煤坩埚膨胀序数的测定 电加热法(GB/T 5448—1997, eqv ISO 501:2003)

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)

3 方法提要

将煤样装入干馏管中置于格金低温干馏炉内,以规定升温程序加热到最终温度 600℃,并保温一定时间,测定所得焦油、热解水和半焦的产率,同时将半焦与一组标准焦型比较定出型号。对强膨胀性煤,则需在煤样中配入一定量的电极炭,其焦型以得到与标准焦型(G)一致的焦型所需的最少电极炭量(整数克数)来表示。

4 试剂和材料

4.1 高温石墨化电极炭:

水分小于 0.5%,按 GB/T 212 测定。

灰分小于 2%,按 GB/T 212 测定。

挥发分小于 1.5%,按 GB/T 212 测定。

粒度小于 0.2 mm,其中小于 0.1 mm 的质量分数应为 60%~90%。

使用时应按第 6 章和第 7 章规定程序测定其水分和半焦产率。同批电极炭每半年至少复测一次。

4.2 二甲苯(HG/T 3-1011)或甲苯(GB/T 684):化学纯。

4.3 丙酮(GB/T 6026):工业品。

4.4 石棉绒和石棉板:石棉绒需预先在 800℃灼烧 1 h,冷却后放入玻璃瓶中备用。石棉板厚 2 mm 左右。

5 仪器设备

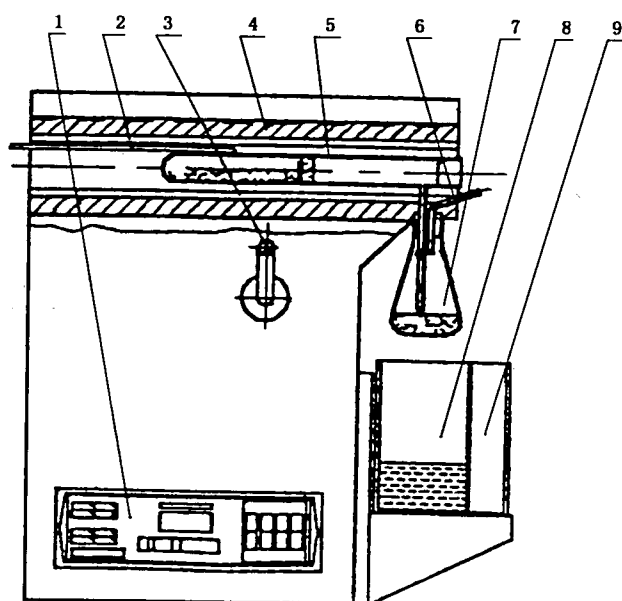
5.1 格金干馏炉(图 1):双孔或多孔、恒温区不小于 200 mm,自动程序控温。

5.2 干馏管(图 2):耐热玻璃或石英玻璃制。

5.3 锥形瓶:容量为 250 mL,与水分测定管配套,带磨口。

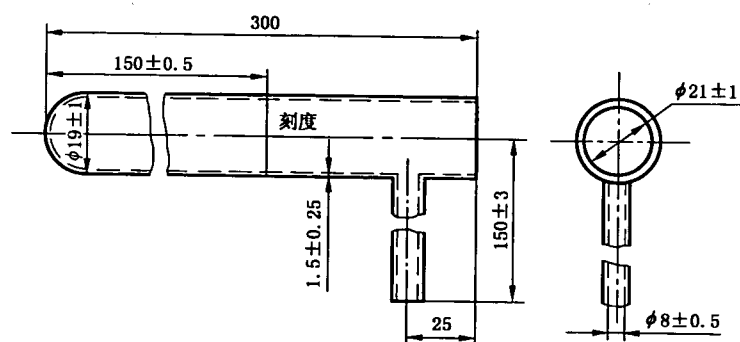
5.4 水分测定管(图 3):量管刻度范围为(0~5)mL 或(0~10)mL,分度值为 0.05 mL,磨口。

- 5.5 冷凝器:直管式,磨口,冷凝水套的长度不小于 300 mm。
 5.6 天平:感量 0.01 g。
 5.7 推杆(图 4):金属制。
 5.8 电炉:单式,双联或多联,温度可调。
 5.9 砂浴:具体尺寸依电炉而定。



- 1——程序控温仪;
 2——热电偶;
 3——可摇提升器摇柄;
 4——保温炉胆;
 5——干馏管;
 6——导气管;
 7——锥形瓶;
 8——水槽;
 9——溢水槽。

图 1 格金干馏炉示意图



单位为毫米

图 2 干馏管

单位为毫米

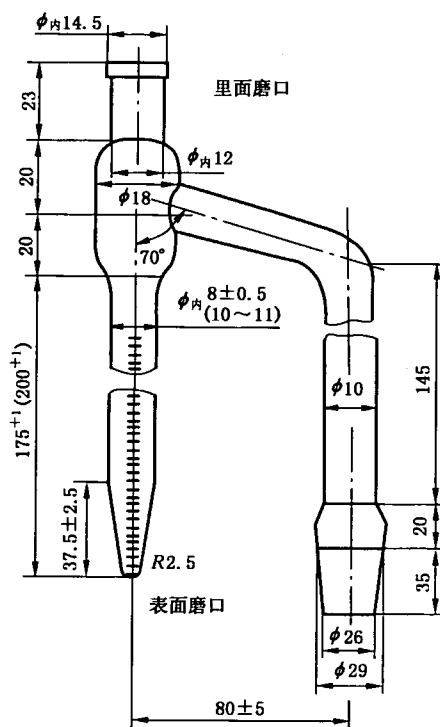


图3 水分测定管

单位为毫米

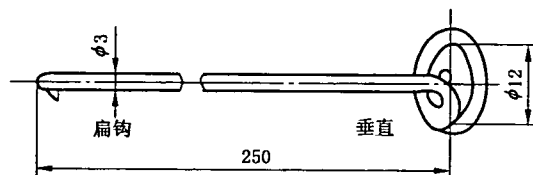


图4 推杆

6 试验准备

6.1 将按 GB 474 或 GB/T 19494.2 制备的粒度小于 0.2 mm 的空气干燥煤样(即一般分析煤样),充分搅拌煤样至少 1 min。从 4 或 5 个不同部位称取 20 g(称准到 0.01 g)煤样放在表面皿中。对焦型大于 G_2 (包括不易区分的 G_1 和 G_2 型)的煤样(可根据表 1 预先估计),则分别称取质量为 m' (整数克数)电极炭(4.1)和(20 g- m')煤样,并在表面皿中充分搅拌、混合均匀。

表1 焦型估计

坩埚膨胀序数 (按 GB/T 5448 测定)	焦渣特征 (按 GB/T 212 测定)	格金低温干馏焦型
$0 \sim \frac{1}{2}$	1~4	A~B
1~3	5~6	C~G
$3 \frac{1}{2} \sim 5$	6~8	F~ G_4
$5 \frac{1}{2} \sim 7$	6~8	$G_2 \sim G_{10}$
$7 \frac{1}{2} \sim 9$	6~8	大于 G_5

6.2 将清洁、干燥的干馏管(5.2)支管向上、倾斜(倾角不小于 45°)插入带孔的木架中。通过漏斗将已称好的煤样小心地倒入干馏管内,注意不要使煤样进入支管。如干馏管上部内壁沾有煤样,可用软毛刷将其刷到干馏管刻度以下。

6.3 将装好煤样的干馏管支管向下横放,将一缺口石棉圆垫(直径与干馏管内径相当,从直径的 $1/6\sim 1/4$ 处剪去一小块)、缺口向上从管口放入并用推杆(5.7)缓缓推至刻度处,注意勿使煤样留在石棉垫外。然后放入一团石棉绒,用推杆将其推至紧贴石棉垫处并轻轻压至(5~10)mm厚,但不要挤压太紧。

6.4 两手拿住装好石棉垫和石棉绒的干馏管两端,支管垂直向下,沿水平方向轻轻晃动使煤样均匀铺开,然后在木台上轻敲几下,使煤样表面平整,注意勿使煤样沾到干馏管上部。如敲击后石棉绒层受到破坏,应用推杆重新压成层。

6.5 用耐热橡皮塞塞紧干馏管口,在干馏管支管上装上带有玻璃导气管的耐热橡皮塞(导气管露出橡皮塞约5 mm),称量(称准到0.01 g)。

6.6 在格金干馏炉的水槽中放入适量温度低于 15°C 的水,将水槽向上移动,至锥形瓶高度的 $\frac{2}{3}$ 浸入冷却水中为止,并保持恒定水位。

7 试验步骤

7.1 将格金干馏炉通电加热至 300°C ,并保持此温度。将干馏管(6.5)插入炉内,并使干馏管支管紧靠炉口。从 300°C 开始,以 $5^\circ\text{C}/\text{min}$ 的升温速度将干馏炉继续加热至 600°C ,并在此温度下保持15 min(在加热的全过程中,实测温度与应达温度之差,不得超过 10°C),停止加热。

试验过程中,煤样分解产生的焦油、水蒸气和煤气经干馏管支管进入锥形瓶,焦油和水蒸气在锥形瓶中冷凝,煤气则由导气管排出(点燃烧掉或排出室外)。

7.2 将水槽向下移动使锥形瓶露出水面,立即取下干馏管和锥形瓶,稍稍倾斜使干馏管及支管上的冷凝物尽量流入瓶内。取下锥形瓶,盖紧橡皮塞,用干毛巾擦干锥形瓶外壁上的水,放置约5 min后称量(称准到0.01 g)。此质量减去空瓶质量为干馏冷凝物的质量(m_a)。

7.3 干馏管(包括两个橡皮塞子及导气管)放置冷却到室温后称量(称准到0.01 g)。然后取下橡皮塞,用蘸有丙酮(4.3)的棉花将干馏管支管内外的焦油擦洗掉,放置(3~5)min,使丙酮挥发完,再装上橡皮塞,再次称量(称准到0.01 g)。此两次质量之差,为干馏管及支管内沾附焦油的质量(m_d)。

去油后干馏管质量(包括石棉绒、石棉垫、半焦、橡皮塞的质量)与试验前干馏管质量(包括石棉绒、石棉垫、橡皮塞的质量)之差,即为半焦的总质量(m_c)。

7.4 从干馏管(7.3)中钩出石棉绒和石棉垫,然后小心倒出焦炭。将焦炭与一组标准焦型(见表2、图5)比较定出型号。对强膨胀性煤,其焦型以最终得到G型焦所需配入的最少电极炭克数(整数)标在G右下角来表示,如 G_1, G_2, \dots, G_x 。电极炭的合适配比,往往需要多次试验才能确定。

表2 标准焦型

焦型	体积变化	主要特征、强度及其他
A	试验前后体积大体相等	不粘结,粉状或粉中带有少量小块,接触就碎
B	试验前后体积大体相等	微粘结,多于三块或块中带有少量粉,一拿就碎
C	试验前后体积大体相等	粘结,整块或少于三块,很脆易碎
D	试验后体积较试验前明显减小(收缩)	粘结或微熔融,较硬,能用指甲刻画,少于五条明显裂纹,手摸染指,无光泽
E	试验后体积较试验前明显减小(收缩)	熔融,有黑的或稍带灰的光泽,硬,手摸不染指,多于五条明显裂纹,敲时带金属声响

表 2(续)

焦型	体积变化	主要特征、强度及其他
F	试验后体积较试验前明显减小(收缩)	横断面完全熔融,并呈灰色,坚硬,手摸不染指,少于五条明显裂纹,敲时带金属声响
G	试验前后体积大体相等	完全熔融,坚硬,敲时发出清脆的金属声响
G ₁	试验后体积较试验前明显增大(膨胀)	微膨胀
G ₂	试验后体积较试验前明显增大(膨胀)	中度膨胀
G ₃	试验后体积较试验前明显增大(膨胀)	强膨胀

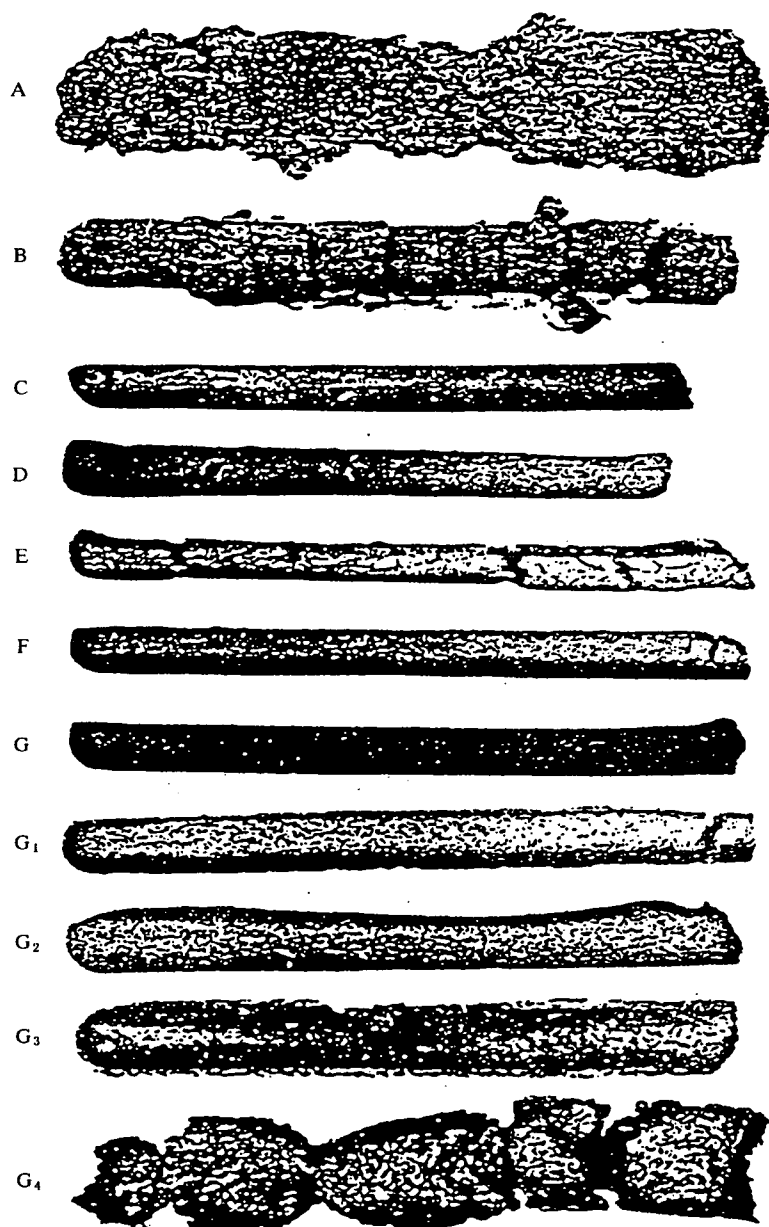


图 5 标准焦型

7.5 干馏总水分测定

7.5.1 于含冷凝物的锥形瓶中加入 50 mL 二甲苯或甲苯(4.2),然后接上水分测定管并与冷凝器相

连。冷凝器上端用棉花或以其他物品塞住。

注：水分测定管的量管应预先标定。

7.5.2 将装配好的锥形瓶放在砂浴上，冷凝器通入冷却水，将砂浴通电加热并控制蒸馏速度，使从冷凝器末端滴下的液滴数约为(2~4)滴/s。蒸馏应在通风柜内进行。

7.5.3 当水分测定管中的水量在10 min内不增加时，即可停止蒸馏，蒸馏时间一般约需(1~1.5)h。

7.5.4 待锥形瓶冷却后，关闭冷却水，取下锥形瓶和水分测定管。如有部分水珠附着在水分测定管壁上，或有部分溶剂沉在水层的下部，可用细的金属(或玻璃)棒搅拌排除。等静置分层后，从水分测定管读取水的体积(mL)(读准到0.01 mL)。

取室温下水的密度为1 g/cm³，计算出干馏总水分的质量(m_b)。

7.6 全部试验结束后，干馏管、锥形瓶及水分测定管等，需用刷子蘸上去污粉(必要时用丙酮)擦洗干净，在干燥箱中烘干备用。

7.7 各产物质量计算

7.7.1 半焦总质量(m_c)：去油后干馏管质量(包括石棉绒、石棉垫、半焦、橡皮塞的质量)减去试验前干馏管质量(包括石棉绒、石棉垫、橡皮塞的质量)。在配了电极炭的情况下，还应减去电极炭半焦质量。

7.7.2 焦油总质量：冷凝物质量(m_a)减去水的质量(m_b)，再加干馏管和支管内沾附的焦油质量(m_d)。

7.7.3 煤气和干馏损失量：煤样质量(m)减去焦油总质量、干馏总水量和半焦质量之和。

在配了电极炭情况下为：煤样质量(m)和电极炭质量(m')之和减去焦油总质量、干馏总水量(包括电极炭水分)和半焦质量(包括电极炭半焦)之和。

7.7.4 热解水质量：干馏总水量减去空气干燥煤样水分含量。相应煤样的空气干燥基水分应在7 d内测定。

8 结果表述

8.1 各干馏产物的空气干燥基产率，按式(1)~式(6)计算：

$$\text{焦油产率：} \quad \text{Tar}_{\text{ad}} = \frac{m_a - m_b + m_d}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$\text{干馏总水分产率：} \quad \text{Water}_{\text{ad}} = \frac{m_b}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

$$\text{配有电极炭时，干馏总水分产率：} \text{Water}_{\text{ad}} = \frac{m_b - m' \times W_{\text{ele}}/100}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\text{热解水产率：} \quad W_{\text{p,ad}} = \text{Water}_{\text{ad}} - M_{\text{ad}} \quad \dots\dots\dots (4)$$

$$\text{半焦产率：} \quad \text{CR}_{\text{ad}} = \frac{m_c}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

$$\text{配有电极炭时煤样半焦产率：} \quad \text{CR}_{\text{ad}} = \frac{m_c - m' \times \text{CR}'_{\text{ad}}/100}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中：

m ——一般分析煤样的质量，单位为克(g)；

m' ——电极炭的质量，单位为克(g)；

m_a ——干馏冷凝物质量，单位为克(g)；

m_b ——干馏总水分质量，单位为克(g)；

m_c ——半焦总质量，单位为克(g)；

m_d ——干馏管及支管内沾附焦油的质量，单位为克(g)；

M_{ad} ——一般分析煤样水分含量，%；

Tar_{ad} ——一般分析煤样焦油产率，%；

Water_{ad} ——一般分析煤样干馏总水分产率，%；

- W_{ele} ——电极炭水分含量, %;
 $W_{\text{p,ad}}$ ——一般分析煤样热解水产率, %;
 CR_{ad} ——一般分析煤样半焦产率, %;
 CR'_{ad} ——电极炭半焦产率, %。

8.2 结果报告

各项测定结果计算到小数点后二位(即 0.01), 然后修约到小数点后一位(即 0.1)报出。

9 精密度

煤的格金低温干馏试验的精密度应符合表 3 规定。

表 3 煤的格金低温干馏试验的精密度

参 数	重 复 性 限
干馏总水分产率 $\text{Water}_{\text{ad}}/\%$	1.0
半焦产率 $\text{CR}_{\text{ad}}/\%$	1.5
焦油产率 $\text{Tar}_{\text{ad}}/\%$	1.0
焦型	同一焦型

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
煤的格金低温干馏试验方法
GB/T 1341—2007

*

中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

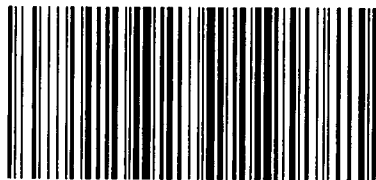
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 15 千字
2008年3月第一版 2008年3月第一次印刷

*

书号: 155066 · 1-30834 定价 14.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 1341—2007