



中华人民共和国国家标准

GB/T 480—2000

煤的铝甑低温干馏试验方法

Test for carbonization of coal in aluminum retort

2000-03-16 发布

2000-12-01 实施

国家质量技术监督局 发布

前 言

本标准是根据 ISO 647:1974《褐煤—低温干馏法测定焦油、水、气和半焦产率》和 GB/T 483—1998《煤炭分析试验方法—般规定》进行修订的,在技术内容上与 ISO 647 等效。

根据 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定》和 GB/T 483—1998 的规定,本次修订,对 GB/T 480—1987 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。

本标准从生效之日起,同时代替 GB/T 480—1987。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准的附录 B、附录 C 是提示的附录。

本标准由国家煤炭工业局提出。

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。

本标准主要起草人:刘良骐、李宏图。

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。

本标准 1964 年首次发布。

煤的铝甑低温干馏试验方法

Test for carbonization of coal in aluminum retort

1 范围

本标准规定了铝甑低温干馏试验的方法提要、仪器设备、试验步骤和结果表述。
本标准适用于褐煤和烟煤。

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为本标准的条文。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—1991 煤的工业分析方法
- GB/T 218—1996 煤中碳酸盐二氧化碳含量的测定方法
- GB 474—1996 煤样的制备方法
- GB/T 684—1986 化学试剂 甲苯
- HG 3-1011—1976 二甲苯

3 方法提要

将煤样装在铝甑中,以一定升温程序加热到 510℃,并保持一定时间,干馏后测定所得焦油、热解水、半焦和煤气的产率。

4 仪器设备

4.1 铝甑

- 4.1.1 铝甑体(图 1);
- 4.1.2 铝甑盖(图 2);
- 4.1.3 导出管(图 3);
- 4.1.4 连接螺母(图 4)。

4.2 加热装置:带控温装置,规格性能必须符合以下要求:

- a) 最初 15~20 min 内应使温度升到 260℃;
- b) 260~510℃期间,升温速度为 5℃/min,升温总误差为±10℃;
- c) 最终温度可达 510℃;
- d) 侧面和底部同时加热。

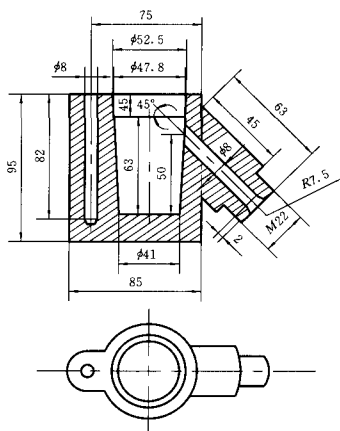


图1 铝瓶体

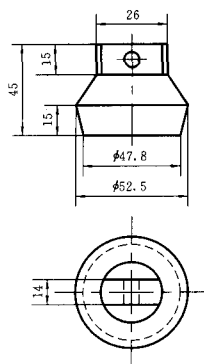


图2 铝瓶盖

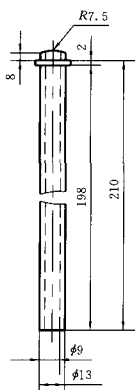


图3 导出管

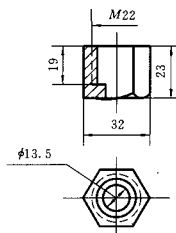


图4 连接螺母

- 4.3 锥形瓶:容量 250 mL。
 4.4 水分测定管(图5):量管刻度范围为 0~5 mL 或 0~10 mL,分度值为 0.05 mL。
 4.5 冷凝管:直管式,冷凝部分的长度不小于 300 mm。
 4.6 天平:感量 0.01 g。

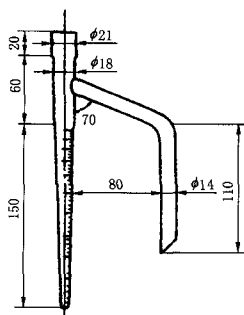


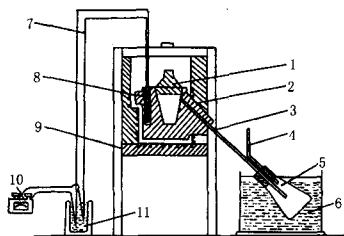
图5 水分测定管

5 材料和试剂

- 5.1 二甲苯(HG 3-1011—1976)或甲苯(GB/T 684):化学纯。
5.2 润滑油及经过精选的鳞片状石墨粉。

6 试验前的准备

- 6.1 仪器、设备应按图6装置。



1—铝瓶盖;2—铝瓶体;3—导出管;4—导气管;5—锥形瓶;6—冷却槽;7—热电偶;
8—热电偶套管;9—加热装置;10—毫伏高温计;11—冷接点恒温器

图6 仪器设备装置

- 6.2 试验前按下列方法检查铝瓶盖与铝瓶体气密情况:

6.2.1 标准法:将盖紧的铝瓶浸入水中10~30 mm深,向瓶内充气,使瓶内气压约达1 961.33 Pa(表压),在此压力下保持约15 s,如无气泡发生,即认为气密。

6.2.2 简捷法:用肥皂水涂在盖紧的铝瓶各接口处,然后向瓶内充气,如在1 961.33 Pa压力下无气泡发生,即认为气密。

如果不气密,可按本标准附录B进行研磨,使其达到气密。

- 6.3 按GB 474制备粒度小于0.2 mm的空气干燥煤样,充分搅拌,并从不同部位取出四、五份放在表

面皿中,称取(20 ± 0.5) g 煤样(称准到 0.01 g),并将煤样全部转入铝甑内。

注:如按本标准附录 C 进行的预备试验表明煤样的膨胀性很大,则应按本标准附录 C 的规定,配加适量的砂子,以防止其膨胀。煤样和砂子应混合均匀,放入甑内,并使其表面平整。

6.4 盖上甑盖,用小木锤轻轻把甑盖敲紧。铝甑导出管用严密不漏气的软木塞与锥形瓶连接。铝甑导出管应伸入瓶内,伸入的长度不小于瓶高的一半,但不得和瓶底接触。从软木塞的另一个小孔插入一支略微弯曲的玻璃导气管,供导出煤气用。各连接处必须气密。锥形瓶在与铝甑连接之前,应事先洗净、干燥并称量,称准到 0.01 g。

6.5 铝甑放入电炉后,盖上炉盖,将热电偶或温度计插入铝甑的测温孔中。

6.6 将胶皮管与装在锥形瓶上的导气管连接在一起,以便将煤气导出室外。

6.7 在冷却槽中放入一定量的水和冰块。锥形瓶应尽量浸入水中,但瓶口应高出水面。也可以用 15℃ 以下的循环水,但循环水流要能使焦油及水蒸气冷凝下来。

7 试验步骤

7.1 一切准备妥当以后,即可通电加热。铝甑的侧面和底部应同时加热,使甑体各部温度保持均匀。在最初 15~20 min 内应使温度升到 260℃,达到 260℃ 以后,应严格控制温度,使温度以 5℃/min 的速度上升。每 10 min 检查一次实际温度,与应达温度之差不得超过 10℃。到达 510℃ 时,保温 20 min,停止加热。

7.2 试验中煤样受热后产生的焦油、水蒸气和煤气经导出管进入锥形瓶。焦油和水蒸气应冷凝在锥形瓶中,煤气则由胶管导出室外。

7.3 停止加热后,用酒精灯或其他热源,微微加热铝甑导出管,以使附着在导出管壁上的焦油流进锥形瓶中。

7.4 导出管中附着的焦油流出以后,把冷却槽中的冷水排出或把冷却槽移开,取出热电偶或温度计,卸开锥形瓶与甑体连接的软木塞,取出铝甑,放在阴凉处冷却。为了防止半焦吸收空气中的水分,此时应将铝甑的导出管口封住。

7.5 将盛有冷却物的锥形瓶外壁擦干,放置约 5 min 后称量(称准到 0.01 g)。盛有冷凝物的锥形瓶质量与干燥前锥形瓶质量之差即为干燥冷凝物的质量。

7.6 测定冷凝物中的含水量(干燥总水分)。冷凝物质量与水的质量之差即为焦油的质量。

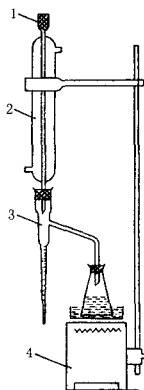
7.7 铝甑冷却后,取下甑盖,将半焦倒入称量瓶中称量(称准到 0.01 g)。注意在刮取甑壁上的半焦时不要刮坏甑体。

7.8 煤样的总量减去冷凝物质量与半焦质量之和为煤气质量和损失量。各项产物的质量对煤样质量的百分数,即为各产物的空气干燥基产率。

7.9 热解水产率由干燥总水分(7.6)减去煤样的空气干燥基水分 M_{ad} (按 GB/T 212 测定)而得。

8 干燥总水分的测定

8.1 向盛有干燥冷凝物的锥形瓶中加入约 50 mL 二甲苯或甲苯(5.1),然后将锥形瓶与水分测定管连在一起。水分测定管应洁净、干燥,其量管应事先校正。水分测定管的斜切口进入锥形瓶约 15 mm 左右,其上口与干燥、洁净的冷凝器连接,使冷凝器的斜切口位于水分测定管的横断面中心。全套装置如图 7 所示。



1—棉花；2—玻璃冷凝器；3—水分测定管；4—万能电炉

图7 水分测定装置

- 8.2 冷凝器上端用棉花或以其他方法塞住，以防止尘埃污染及避免空气中水分在冷凝器内凝结。
- 8.3 用电炉加热控制蒸馏速度，使从冷凝器斜切口滴下的液滴数为每秒2~4滴。当水分测定管中的水分不再增加，溶剂变得完全透明时，即可停止蒸馏。如溶剂内有极细小的水滴，溶剂呈乳浊状时，水分测定管可用温水浴微微加热（温度不超过60℃），以促使其乳浊状态尽快消除。如蒸馏完毕后，有水滴附着在冷凝器内壁，应提高蒸馏速度，使冷凝下来的溶剂将水滴带入水分测定管中。
- 8.4 锥形瓶冷却后，将装置拆开，读取水分体积。如有一部分水珠附着在水分测定管管壁上，可用螺旋形金属丝上下搅拌，静置数分钟，水珠完全沉下后，再读取水分体积。为简化计算，室温下水的密度可取作1 g/cm³，因此水分的体积即为干馏总水分的质量。

9 结果表述

9.1 结果计算

干馏产物的空气干燥基产率，按式(1)~式(4)计算：

$$\text{焦油产率: Tar}_{\text{ad}} = \frac{a-b}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

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

$$\text{热解水产率: Water}_{\text{p,ad}} = \text{Water}_{\text{ad}} - M_{\text{ad}} \quad \dots\dots\dots (3)$$

$$\text{半焦产率: Coke}_{\text{ad}} = \frac{c}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中： m ——空气干燥煤样质量，g；

a ——冷凝物质量，g；

b ——干馏总水分质量，g；

c ——半焦质量，g；

M_{ad} ——空气干燥煤样水分含量，%；

Tar_{ad} ——空气干燥基焦油产率，%；

Water_{ad} ——空气干燥基于馏总水分产率，%；

$\text{Water}_{\text{p,ad}}$ ——空气干燥基热解水产率，%；

Coke_{ad} ——空气干燥基半焦产率，%。

9.2 结果换算

干燥无灰基半焦产率按式(5)计算：

$$\text{Coke}_{\text{daf}} = (\text{Coke}_{\text{ad}} - A_{\text{ad}}) \times \frac{100}{100 - M_{\text{ad}} - A_{\text{ad}}} \quad \dots\dots\dots (5)$$

煤样中碳酸盐的二氧化碳含量超过2%时，计算公式如下：

$$\text{Tar}_{\text{daf}} = \text{Tar}_{\text{ad}} \times \frac{100}{100 - M_{\text{ad}} - A_{\text{ad}} - [\text{CO}_2]_{\text{ad}}} \quad \dots\dots\dots (6)$$

$$\text{Coke}_{\text{daf}} = [\text{Coke}_{\text{ad}} - A_{\text{ad}} - [\text{CO}_2]_{\text{c,ad}}] \times \frac{100}{100 - M_{\text{ad}} - A_{\text{ad}} - [\text{CO}_2]_{\text{ad}}} \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中： Tar_{daf} ——干燥无灰基焦油产率，%；

A_{ad} ——空气干燥基灰分含量，%，按 GB/T 212 测定；

$[\text{CO}_2]_{\text{ad}}$ ——空气干燥基碳酸盐二氧化碳含量，%，按 GB/T 218 测定；

Coke_{daf} ——干燥无灰基半焦产率，%；

$[\text{CO}_2]_{\text{c,ad}}$ ——半焦中碳酸盐的二氧化碳含量，以空气干燥煤样为基础的百分含量，%，按 GB/T 218 测定。

9.3 结果报告

计算和换算试验结果时，所有数值应取到小数点后第二位。报出结果时只保留小数点后第一位，小数点后第二位数字按数字修约规则修约。

10 方法精密度

方法精密度见表1。

表 1

参 数		重复性限	再现性临界差
干馏总水分产率 %	≥10%	1.0	—
	<10%	0.7	—
半焦产率 %	≥80%	1.0	—
	<80%	0.8	—
焦油产率 %	—	0.5	1.0

附录 A

(标准的附录)

干馏总水分的离心测定法

本标准正文所述测定冷凝物中水分(干馏总水分)的蒸馏法,准确可靠,适用于仲裁鉴定等要求较严的场合下使用。本附录所推荐的离心法,则较为便捷,适用于日常例行试验。

A1 仪器和试剂

a) 集油管:玻璃制,规格见图 A1;

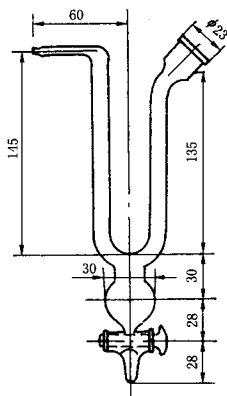


图 A1 集油管

b) 离心管:容积不小于 10 mL,分度值 0.05 mL;

c) 离心机:转速为 2 000 r/min 以上;

d) 溶剂:同本标准 5.1。

A2 如用离心法测定水分,进行干馏时应以本附录 A1 所述集油管承接冷凝物。集油管在冷却槽中浸没的深度以放气端高出水面 20~30 mm 为准。其他操作事项按本标准第 7 章所述方法进行。

A3 用甲苯或二甲苯将集油管中的冷凝物,分数次定量地冲洗到离心管内。溶剂事先应用水饱和,为了提高冲洗效率,溶剂事先可用水浴略微加热(不得超过 60℃),并可用细软的金属丝通入集油管内搅拌、擦洗,以促使附着于管壁上的冷凝物为溶剂所冲下。冲洗液的总量不应超过 10 mL。

A4 将盛有冲洗液的离心管放在离心机内,在大于 2 000 r/min 的转速下进行离心分离,离心分离时间不应少于 10 min。分离完毕后,取出离心管,读取下部水层的体积。然后,再放入离心机内,离心约 3~5 min,取出,再读取下部水层的体积。如体积不再增加,即可按本标准 9.1,求得干馏总水分的质量,否则,应再行离心。

注:为了保护离心机,放入离心机内的离心管的质量必须互相对称。在放置离心管的套管中可放入少许软质的衬垫物(如棉花),以减少离心管的破损。

A5 如离心后水层面不平整,有块状物浮集于分界面上,难于正确读出水层的体积,则可用细玻璃棒将块状物搅动,使其中界面平整清晰。如液层分界面仍不清晰则将上层溶剂吸去一半或三分之二左右,但勿将水吸去,加入新溶剂,重复上述搅拌操作,重新进行离心处理。如此反复进行,直到出现平整清晰之层面,能准确读取水层之体积为止。

A6 离心处理后,如有块状物沉积于水层下部或附着在水层所在的管壁上,则应用细玻璃棒将其挑入

油层。然后,再离心 3~5 min。消除这种现象以后,才可读取水层的体积。

A7 干馏总水分和热解水产率的计算方法,与本标准正文所述相同。

附录 B

(提示的附录)

盖与甑口接触面的研磨方法

发现甑盖与甑口不能严密吻合时,可在接触面上涂上润滑油和石墨粉的混合物(5.2),然后研磨。研磨时,一手握盖,一手持甑,使两者互相吻合,用力左右旋转甑盖,向左向右旋转的角度以达到 90°为宜,每转两次后,须均匀地改变盖与甑的相对位置,使接触面每一部分都得到均匀的研磨。

研磨完毕后,用柔软的棉纱或布抹去润滑油和石墨粉,使接触表面洁净无垢,然后,再涂上润滑油或凡士林,按上述方法再研磨 10 min。擦净研磨表面,进行气密检查。

附录 C

(提示的附录)

强膨胀性煤中配加砂子的方法

本方法所使用的砂子应先用水洗去泥土,再用 10%盐酸浸煮,然后用蒸馏水冲洗到不呈酸性,干燥后在不低于 800℃下灼烧 1 h 以上,筛取粒度在 0.10~0.30 mm 之间的砂子备用。如用洁净的石英砂,则不必进行浸洗,但仍须进行灼烧及筛选等处理。

煤样的焦渣特征为 5 或 5 以上(按 GB/T 212 测定)时,在干馏试验以前,应配加砂子。只要能达到防止膨胀的目的,砂子配入量应尽可能少。加入 20 g 煤样中的砂子量,一般不应超过 20 g。最好事先进行配砂的焦渣特征试验。选用能使焦渣特征不大于 4 的配砂比,即能达到防止膨胀的目的。

焦渣特征试验按 GB/T 212 挥发分测定方法进行,所用煤样固定为 1 g,配以不同数量的砂子,并充分混合。

干馏试验用 20 g 煤样,另按前述试验得出的煤砂配比配入所需的砂子,并混合均匀。

注:遇有膨胀性特强的煤,按规定方法配入 20 g 砂子仍不能把膨胀降低到要求的限度时,则可酌量减少煤样用量和改变砂子量以改变煤砂的配比,达到降低膨胀的目的。在煤样用量低于标准用量(20 g)时,所得试验结果仅供参考之用,并须在试验报告中注明。