

低煤阶煤的透光率测定方法

代替 GB 2566—81

Determination of transmittance for low rank coal

1 主题内容与适用范围

本标准规定了测定低煤阶煤透光率用的试剂、材料、仪器、设备,测定步骤,测定结果的表述和精密度。

本标准适用于褐煤和低煤阶烟煤。

2 方法提要

低煤阶煤与硝酸和磷酸的混合酸在规定试验条件下反应后产生有色溶液。根据溶液颜色深浅,以不同浓度的重铬酸钾硫酸溶液作为标准,用目视比色法测定煤样的透光率。

3 试剂和材料

3.1 硫酸(GB 625):浓度 95%~98%及 10%硫酸溶液(即由 10 mL 硫酸配制成 100 mL 水溶液)。

3.2 重铬酸钾(GB 642):粉末,含量不低于 99.8%,使用前需在 110~120℃ 温度下干燥 2 h。

3.3 磷酸(GB 1282):浓度不低于 85%和(1+9)。

3.4 混合酸:1 体积浓度 65%~68%的硝酸(GB 626),1 体积浓度不低于 85%的磷酸和 9 体积水混合配成。呈黄色的硝酸不能使用。

3.5 重铬酸钾贮备溶液

3.5.1 称取 2.500 0 g(精确至 0.000 2 g)重铬酸钾粉末,用 10%的硫酸(3.1)在容量瓶中配成 250 mL 溶液。

本溶液作为配制透光率在 30%~100%之间的标准系列溶液使用。

3.5.2 称取 5.000 0 g(精确至 0.000 2 g)重铬酸钾粉末,用 10%的硫酸(3.1)在容量瓶中配成 250 mL 溶液。

3.6 重铬酸钾标准系列溶液

按附录 A 中的规定,分别用带细刻度的 1,2,5 或 10 mL 的直形移液管(或微量滴定管),依次从重铬酸钾标准溶液(3.5.1 和 3.5.2)中吸取所需体积标准溶液,放入 50 mL 容量瓶中,再用 10%的硫酸稀释至刻度。

用已配好的标准系列溶液冲洗干燥的比色管一次。再把标准系列溶液倒入比色管中 10 mL 的刻度处(各比色管液柱高度一致)。

标准系列溶液一般可用 2 个月。如比色时与配制标准系列溶液时的室温变化超过 10℃,则应重新配制标准系列溶液。

3.7 定性滤纸:要求致密。

4 仪器、设备

- 4.1 分析天平:感量 0.000 2 g。
 4.2 比色管:25 mL,内径 17 ± 0.5 mm,在 10 mL 处有刻度,具严密塞子。
 4.3 水浴:闭口,能加热到 100°C 。
 4.4 水银温度计:测量范围 $0 \sim 100^\circ\text{C}$,分度值小于 0.2°C 。需校准后使用。
 4.5 容量瓶:100 mL。

对某些加热处理时易产生气泡带出煤粉的试样,宜采用特制的长颈容量瓶,其尺寸是:口内径 15 ± 1 mm;刻度线至瓶口的高度 13.5 ± 0.5 mm。

- 4.6 玻璃小漏斗:漏斗口内径 30 mm,漏斗柄长约 40 mm,内径 4~5 mm。

5 煤样处理

称取相当于 1.000 0 g(精确至 0.000 2 g)干燥无灰煤的空气干燥煤样(需用浮煤样或灰分“ A_d ”小于或等于 10%的原煤样,但对遇水易泥化的褐煤可用原煤样),移入干燥的 100 mL 容量瓶中。当水浴温度升高到 $99.5 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 时(在高原地区,可往水中加入一定量的甘油,以使水浴温度能保持在 $99.5 \pm 0.5^\circ\text{C}$),即用移液管吸取 25 mL 混合酸加入容量瓶中,边加酸边摇动容量瓶,使煤样浸湿。把加酸后的容量瓶立即放入水浴中,并往瓶口插入小漏斗(4.6)。水浴温度应在 5 min 内回升到 $99.5 \pm 0.5^\circ\text{C}$ 。加热 90 min 后,从水浴中取出容量瓶,并把它迅速冷却至室温。再加入(1+9)磷酸(3.3)至容量瓶的刻度处,加塞后摇匀。静置 15~30 min 后即可用干燥的漏斗和滤纸过滤。把滤液过滤到干燥的 100 mL 锥形瓶中(要注意防止极细的煤粉透滤,否则应重新过滤),弃去最初滤出的少量滤液。滤液应在当天用目视比色法测定透光率。

6 测定

把滤液倒入 25 mL 比色管(4.2)至 10 mL 刻度处(液柱高度要调整到与重铬酸钾标准系列溶液一致),与标准系列溶液进行目视比色。

比色应在明亮处,但不宜在阳光直射下进行。比色时应在比色管的下部衬有 2~3 张纯白色的滤纸,但滤纸与比色管之间应保持 30 mm 左右的间距。比色时,从比色管口上方垂直往下看,并应把标准系列溶液和煤样滤液的位置进行交换再比色,以利于结果的正确判断。当煤样滤液的颜色深度介于两个相邻的标准系列溶液中间或与某一标准系溶液相当时,即可求出煤样的透光率。对透光率特低的煤样,因标准系列溶液和煤样溶液的色调不大一致。此时可按溶液的明暗程度为准进行对比,以确定煤样的透光率。

7 测定结果的表述

透光率(P_m)测定结果可读取到 1%,对 P_m 小于 16%的煤样,报出结果时都填写为小于 16%。

8 精密度

透光率的重复性和再现性应符合下表的规定:

重 复 性	再 现 性
2.0	4.0

附 录 A
透光率(P_m)标准系列溶液配制方法
(补充件)

表 A1

标准系列	透光率 (P_m), %	配成 50 mL 标准系列溶液时需用 重铬酸钾标准溶液的体积, mL	标准系列	透光率 (P_m), %	配成 50 mL 标准系列溶液时需用 重铬酸钾标准溶液的体积, mL
1	100	0.00	36	56	3.00
2	98	0.05	37	55	3.15
3	96	0.11	38	54	3.45
4	94	0.15	39	53	3.62
5	92	0.23	40	52	3.80
6	90	0.29	41	51	4.05
7*	88	0.38	42	50	4.30
8	86	0.44	43	49	4.50
9*	84	0.48	44*	48	4.70
10	82	0.55	45	47	5.10
11*	81	0.59	46	46	5.50
12	80	0.63	47	45	6.05
13	79	0.67	48	44	6.60
14	78	0.71	49	43	7.15
15	77	0.75	50	42	7.75
16*	76	0.79	51	41	8.15
17	75	0.84	52	40	8.55
18	74	0.90	53	39	9.25
19	73	0.98	54	38	9.90
20	72	1.05	55	37	10.70
21	71	1.13	56	36	11.50
22*	70	1.20	57	35	12.50
23	69	1.28	58	34	13.60
24	68	1.35	59	33	17.50
25	67	1.47	60	32	21.70
26*	66	1.60	61	31	26.00
27	65	1.68	62*	30	30.00
28	64	1.75	63	28	19.30
29	63	1.87	64	26	23.60
30	62	2.00	65	24	28.20
31*	61	2.15	66	22	32.80
32	60	2.30	67	20	37.50
33	59	2.45	68	18	42.40
34	58	2.60	69	16	47.50
35	57	2.80			

注：表中“*”号表示标准系列溶液为直接用煤样反复对比后确定的标准点，其余各点均系根据标准点所绘制的工作曲线或其外延线上求出。

附录 B
低煤阶煤透光率测定原始记录
(参考件)

表 B1

No:

煤样	编 号				
	$M_{ad}, \%$				
	$A_{ad}, \%$				
	称出质量, g				
容量瓶编号					
锥形瓶编号					
比色管编号					
$P_m, \%$					
P_m 平均值, %					

复核:

测定:

年 月 日

附加说明：

本标准由煤炭工业部提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准由煤炭科学研究总院北京煤化学研究所与东煤集团公司环境保护研究所共同起草。

本标准主要起草人陈文敏、杨杏馥、马英杰。

本标准于 1981 年首次发布。

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。