



中华人民共和国国家标准

GB/T 2001—2013
代替 GB/T 2001—1991

焦炭工业分析测定方法

Coke—Determination of proximate analysis

2013-12-17 发布

2014-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 水分的测定	1
4 灰分的测定	3
5 焦炭挥发分的测定	6
6 焦炭固定碳的计算	8
7 自动工业分析仪测定方法	8
8 试验报告	8
附录 A (规范性附录) 自动工业分析仪测定方法	10

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 2001—1991《焦炭工业分析测定方法》，与 GB/T 2001—1991 相比主要变化如下：

- 增加了前言部分；
- 标准格式进行了修改，结构做了调整；
- 标准中的术语和定义适当修改；
- 在规范性引用文件中删除了 GB/T 9977《焦化产品术语》和 YB/T 5155《焦化产品测定方法通则》；
- 在 3.2 原理中，增加了“置于预先鼓风的干燥箱中”；
- 在 3.4.2 浅盘中增加了“耐热、耐腐蚀材料，其规格应能容纳 500 g 样品，且单位面积负荷不超过 1 g/cm²，浅盘深约 20 mm”；
- 在 3.4 仪器设备中，将试验所用工业天平的感量改为 0.1 g；在 3.6.1 中，全水分的测定步骤中将称样量改为(500±10)g，精确到 0.1 g；
- 在 3.6.2 空气干燥基水分的测定方法中，在试验步骤中增加了预先鼓风和在一直鼓风的条件下干燥；
- 在 3.6.2.1、4.6.1.1、4.6.2.1 中将称准至 0.000 2 g 改为精确到 0.000 1 g；
- 将标准中的“称准至”均改为“精确到”；
- 在 3.6.2.2、4.4.2 和 5.5.2 中分别增加了注；
- 在 4.4.1 和 5.3.2 中增加了“热电偶至少每年校准一次”；
- 增加了 4.4.6 耐热瓷板或石棉板；
- 在 4.6.1.1 中增加了“均匀地铺平在灰皿中，使其每平方厘米的质量不超过 0.10 g”；
- 在 5.3.1 中增加了“挥发分坩埚和坩埚盖配合要严密，坩埚盖的选择要使盖与坩埚的垂直向间隙不超过 0.5 mm，坩埚和坩埚盖应该同一编号配套使用，不允许混用”；
- 将 5.5.1 中的“注”列入 5.5.1 中；
- 增加了 5.6.2 焦炭的干基挥发分的计算；
- 增加了 6.2 焦炭的干基固定碳的计算；
- 增加了 7 自动工业分析仪测定方法，详见附录 A；
- 增加“试验报告”一章。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国煤化工标准化技术委员会炼焦化学分技术委员会(TC 469/SC 3)归口。

本标准起草单位：中钢集团鞍山热能研究院有限公司、湖南三德科技发展有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人：王雄、王伟、梁东、孙伟、郭法清、仇金辉、郑景须、吴汉炯、张进莺。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 2001—1991；
- GB 2001—1980、GB 2002—1980、GB 2003—1980、GB 2004—1980。

焦炭工业分析测定方法

警告:本标准的使用可能涉及到某些危险的材料、操作和设备,但并未对与此有关的所有安全问题都提出建议。用户在使用本标准之前有责任采用适当的安全和保护措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本标准规定了焦炭全水分、空气干燥基水分、灰分、挥发分的测定方法和固定碳的计算方法。本标准适用于焦炭全水分、空气干燥基水分、灰分、挥发分的测定和固定碳的计算。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 1997 焦炭试样的采取和制备

3 水分的测定

3.1 通则

本章规定了焦炭的全水分和空气干燥基水分的测定方法。

3.2 原理

称取一定质量的焦炭试样,置于预先鼓风的干燥箱中,在一定的温度下干燥至质量恒定,以焦炭试样的质量损失计算出水分的质量分数(%)。

3.3 试剂

3.3.1 变色硅胶:工业用品。

3.3.2 无水氯化钙:化学纯,粒状。

3.4 仪器设备

3.4.1 干燥箱:带有自动控温和鼓风装置,并能保持温度在 170 °C~180 °C 和 105 °C~110 °C 范围内。

3.4.2 浅盘:由镀锌铁板或铝板等耐热、耐腐蚀材料制成,其规格应能容纳 500 g 样品,且单位面积负荷不超过 1 g/cm²,浅盘深约 20 mm。

3.4.3 玻璃称量瓶:带有严密的磨口盖,形状和尺寸见图 1。

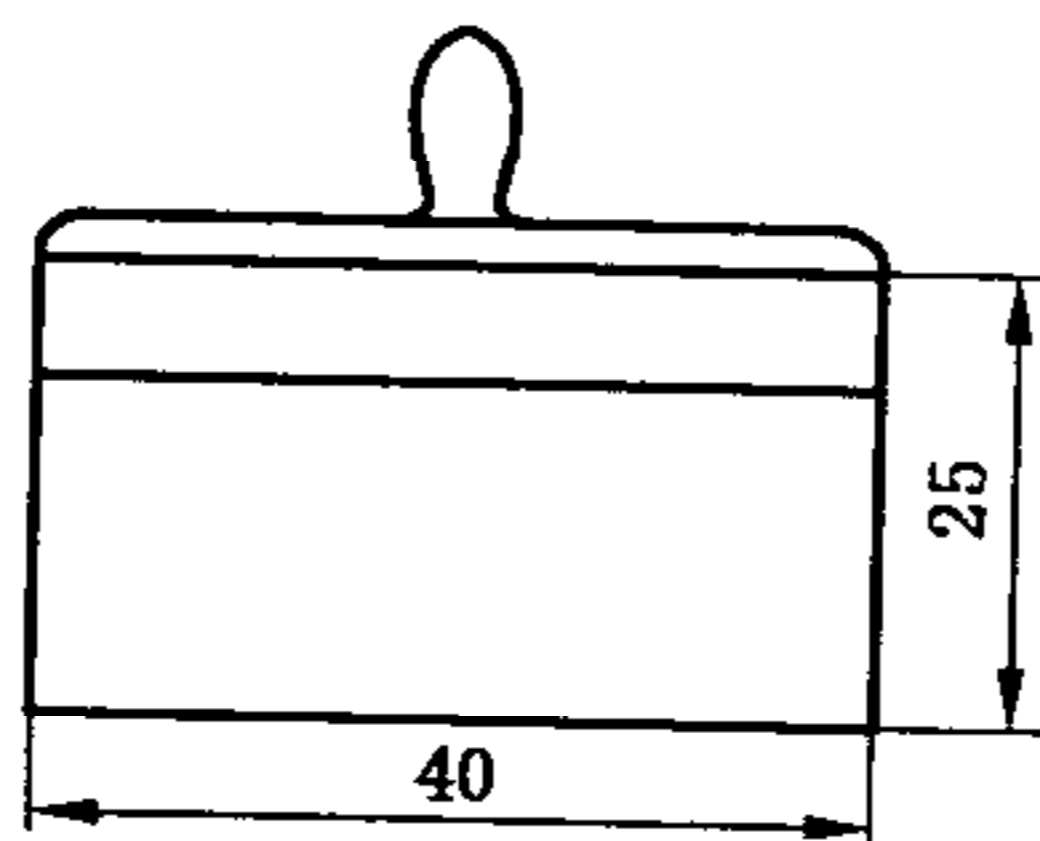


图 1 玻璃称量瓶

3.4.4 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

3.4.5 分析天平：感量 0.000 1 g。

3.4.6 工业天平：感量 0.1 g。

3.5 试样的采取和制备

试样的采取和制备按 GB/T 1997 中规定进行。

3.6 试验步骤

3.6.1 全水分的测定

3.6.1.1 用已知质量的干燥、清洁的浅盘(见 3.4.2)称取粒度小于 13 mm 的焦炭试样(500±10)g,精确到 0.1 g,平摊在浅盘中。

3.6.1.2 将装有试样的浅盘放入预先鼓风并已加热到 170 °C~180 °C 的干燥箱中(见 3.4.1)。在鼓风条件下,干燥 1 h。

3.6.1.3 将浅盘取出,冷却 5 min,称量,精确到 0.1 g。

3.6.1.4 进行检查性干燥,每次 10 min,直到连续两次试样的质量差不超过 1 g 或质量增加时为止。计算时取最后一次的质量,若有增重则取增重前一次的质量为计算依据。

3.6.2 空气干燥基水分的测定

3.6.2.1 在预先干燥已称量过的称量瓶内称取粒度小于 0.2 mm 的分析试样 1 g±0.05 g,精确到 0.000 1 g,平摊在称量瓶中。

3.6.2.2 将盛有试样的称量瓶开盖放入预先鼓风并已加热到 105 °C~110 °C 干燥箱中。在一直鼓风的条件下,干燥 1 h。

注：预先鼓风是为了使干燥箱内温度均匀,可将装有试样的称量瓶放入干燥箱前 3 min~5 min 就开始鼓风。

3.6.2.3 从干燥箱中取出称量瓶,立即盖上盖,放入干燥器中冷却至室温(约 20 min)后称量。

3.6.2.4 进行检查性干燥,每次 15 min,直到连续两次干燥试样的质量差不超过 0.001 g 或质量增加时为止,计算时取最后一次的质量,若有增重则取增重前一次的质量为计算依据。

3.7 结果的计算

3.7.1 全水分按式(1)计算：

$$M_t = \frac{m - m_1}{m} \times 100\% \dots\dots\dots(1)$$

式中:

M_t ——焦炭试样全水分的质量分数, %;

m ——干燥前焦炭试样的质量, 单位为克(g);

m_1 ——干燥后焦炭试样的质量, 单位为克(g)。

3.7.2 焦炭的空气干燥基水分按式(2)计算:

$$M_{ad} = \frac{m_2 - m_3}{m_2} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中:

M_{ad} ——空气干燥基水分的质量分数, %;

m_2 ——称取的空气干燥基焦炭试样的质量, 单位为克(g);

m_3 ——干燥后焦炭试样的质量, 单位为克(g)。

3.7.3 试验结果取两次试验结果的算术平均值。

3.7.4 精密度: 水分测定的重复性, 不得超过表 1 的规定值。

表 1 %

	水分范围	重复性
全水分的质量分数(M_t)	<5.00	0.4
	$5.00 \leq M_t \leq 10.00$	0.6
	>10.00	0.8
空气干燥基水分的质量分数(M_{ad})	—	0.20

4 灰分的测定

4.1 通则

本章规定了两种测定焦炭灰分的方法——方法一和方法二。方法一为仲裁法。

4.2 原理

称取一定质量的焦炭试样, 逐渐送入预先升至(815±10)℃的马弗炉中灰化并灼烧到质量恒定, 以残留物的质量占焦炭试样质量的质量分数作为焦炭的灰分含量。

4.3 试剂

4.3.1 变色硅胶: 工业用品。

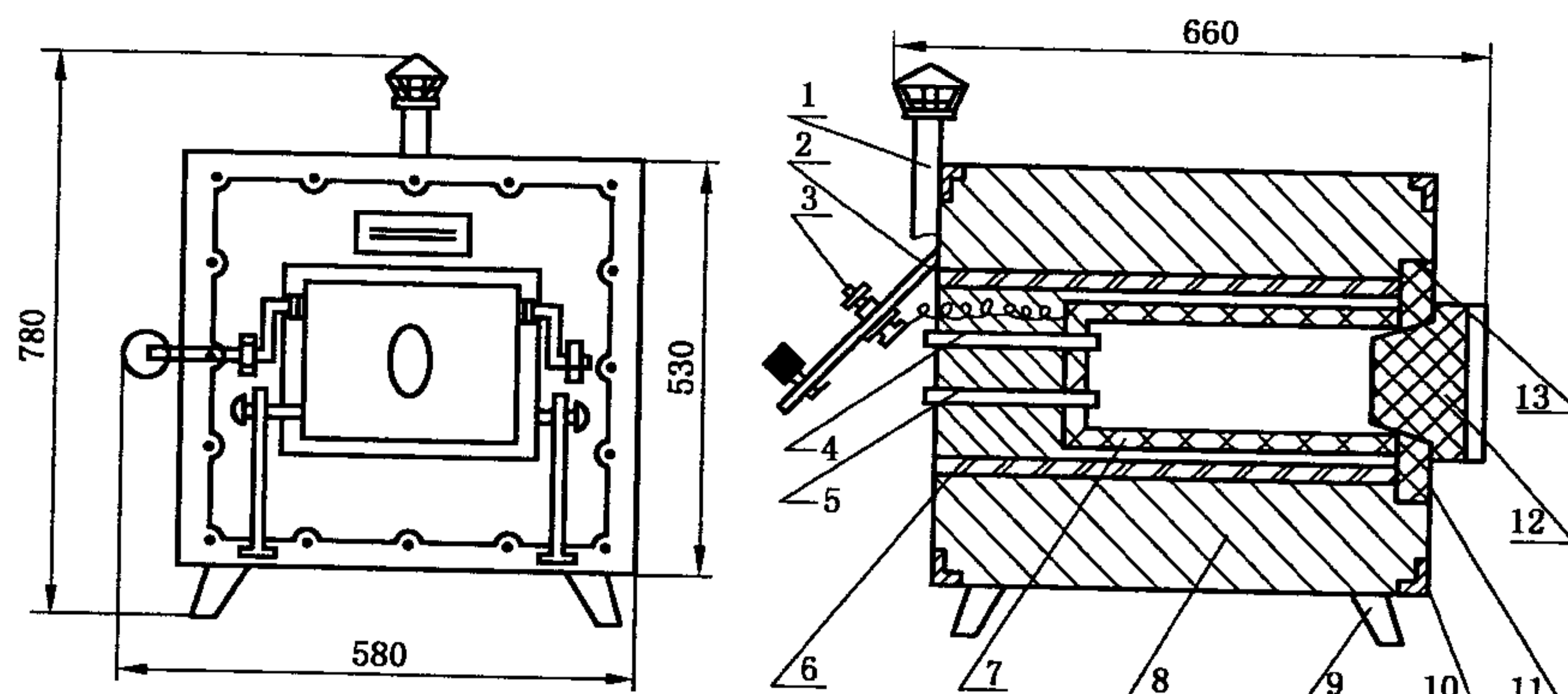
4.3.2 无水氯化钙: 化学纯, 粒状。

4.4 仪器和设备

4.4.1 马弗炉: 带有测温和控温装置, 能保持温度在 815 °C ± 10 °C。炉膛具有足够的恒温区, 炉后壁的上部带有直径 25 mm~30 mm、高 400 mm 的烟囱, 下部带有插入热电偶的小孔, 孔的位置距炉膛底部 20 mm~30 mm, 使插入热电偶的热接点位于恒温区的中间, 炉门上有一直径为 20 mm 的通气小孔, 见图 2。

马弗炉的恒温区应在关闭炉门下测定, 并至少每半年测定一次。热电偶至少每年校准一次。

单位为毫米



说明:

- | | |
|-----------|-----------|
| 1——烟囱; | 8——保温层; |
| 2——炉后小门; | 9——炉支脚; |
| 3——接线柱; | 10——角钢骨架; |
| 4——烟道瓷管; | 11——铁炉壳; |
| 5——热电偶瓷管; | 12——炉门; |
| 6——隔层套; | 13——炉口。 |
| 7——炉芯; | |

图 2 马弗炉

4.4.2 灰皿:瓷质,形状和内径尺寸见图 3。

单位为毫米

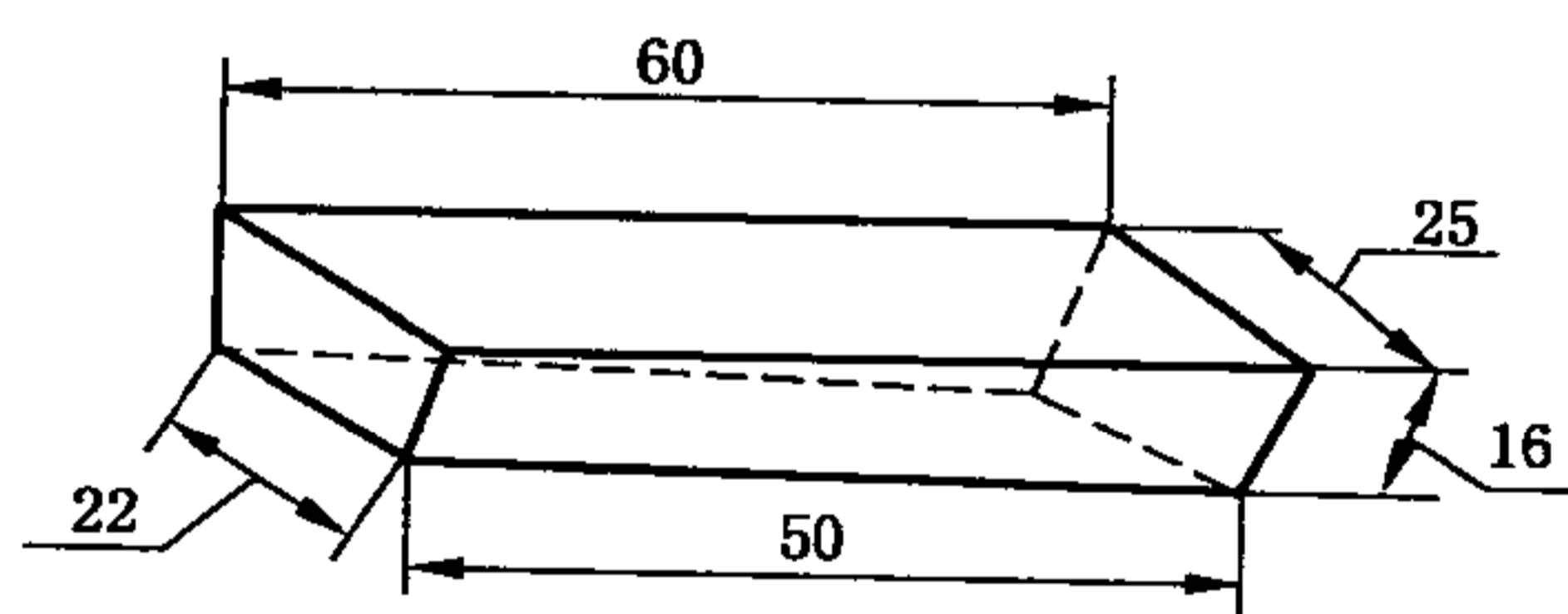


图 3 灰皿

注:新购置的灰皿应该灼烧至质量恒定后才可以使用。

4.4.3 灰皿夹:由耐热金属丝制成,形状见图 4,也可使用坩埚钳。

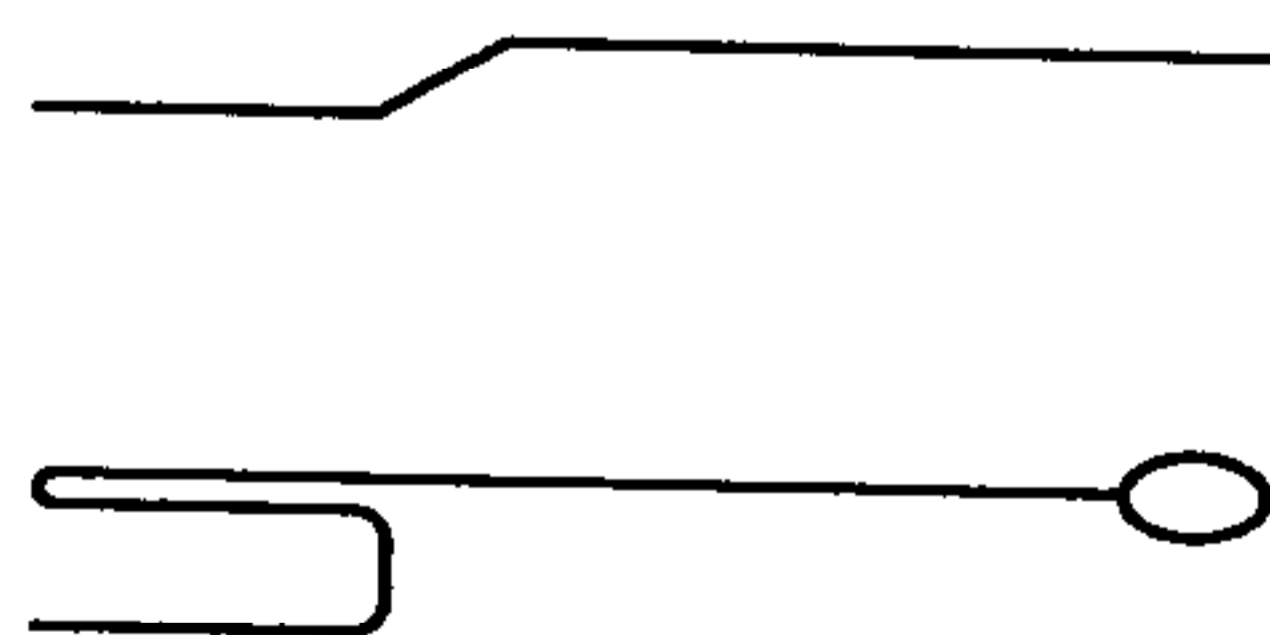


图 4 灰皿夹

4.4.4 干燥器:内装变色硅胶或粒状无水氯化钙干燥剂。

4.4.5 分析天平:感量 0.000 1 g。

4.4.6 耐热瓷板或石棉板。

4.5 试样的采取和制备

试样的采取和制备按 GB/T 1997 中规定进行。

4.6 试验步骤

4.6.1 方法一(仲裁法)

4.6.1.1 在预先灼烧至质量恒定的灰皿中,称取粒度小于 0.2 mm 并搅拌均匀的焦炭试样(1±0.05)g,精确到 0.000 1 g,均匀地铺平在灰皿中,使其每平方厘米的质量不超过 0.10 g。

4.6.1.2 将装有试样的灰皿放在温度为 815 °C±10 °C 的马弗炉炉门口,在 10 min 内逐渐将其推入炉膛恒温区,关上炉门并使炉门留有约 15 mm 的缝隙,同时打开炉门上的通气小孔和炉后烟囱。在 815 °C±10 °C 温度下灼烧 1 h。

4.6.1.3 用灰皿夹或坩埚钳从炉中取出灰皿,置于耐热瓷板或石棉板上,放在空气中冷却约 5 min,将灰皿移入干燥器中冷却至室温(约 20 min)后,称量。

4.6.1.4 进行检查性灼烧,温度为 815 °C±10 °C,每次 15 min,直到连续两次灼烧后的质量变化不超过 0.001 g 或质量增加时为止,计算时取最后一次的质量,若有增重则取增重前一次的质量为计算依据。

4.6.2 方法二

4.6.2.1 在预先灼烧至质量恒定的灰皿中,称取粒度小于 0.2 mm 并搅拌均匀的焦炭试样 0.5 g±0.05 g,精确到 0.000 1 g,均匀地铺平在灰皿中,使其每平方厘米的质量不超过 0.10 g。

4.6.2.2 将装有试样的灰皿放在温度为 815 °C±10 °C 的马弗炉炉门口,在 10 min 内逐渐将其推入炉膛恒温区,关上炉门并使炉门留有约 15 mm 的缝隙,同时打开炉门上的通气小孔和炉后烟囱。在 815 °C±10 °C 温度下灼烧 30 min。

4.6.2.3 用灰皿夹或坩埚钳从炉中取出灰皿,置于耐热瓷板或石棉板上,放在空气中冷却约 5 min,将灰皿移入干燥器中冷却至室温(约 20 min)后,称量。

4.6.2.4 进行检查性灼烧,温度为 815 °C±10 °C,每次 15 min,直到连续两次灼烧后的质量变化不超过 0.001 g 或质量增加时为止,计算时取最后一次的质量,若有增重则取增重前一次的质量为计算依据。

4.7 结果计算

4.7.1 焦炭的空气干燥基灰分按式(3)计算:

$$A_{ad} = \frac{m_5}{m_4} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

A_{ad} ——空气干燥基灰分的质量分数, %;

m_4 ——称取的空气干燥基焦炭试样的质量,单位为克(g);

m_5 ——灼烧后灰皿中残留物的质量,单位为克(g)。

4.7.2 焦炭的干基灰分按式(4)计算:

$$A_d = \frac{A_{ad}}{100 - M_{ad}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

A_d ——干基焦炭试样灰分的质量分数, %。

4.7.3 试验结果取两次试验结果的算术平均值。

注：每次测定灰分时，应先进行空气干燥试样的水分测定，水分试样与灰分测定试样应该同时采取。

4.8 精密度

灰分测定的重复性和再现性，不得超过表 2 的规定值。

表 2

%

重复性	再现性
0.20	0.30

5 焦炭挥发分的测定

5.1 原理

称取一定质量的焦炭试样，放在带盖的瓷坩埚中，在 $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下，隔绝空气加热 7 min，以减少的质量占焦炭试样质量的质量分数，减去该焦炭试样的空气干燥基水分含量作为焦炭的挥发分含量。

5.2 试剂

5.2.1 变色硅胶：工业用品。

5.2.2 无水氯化钙：化学纯，粒状。

5.3 仪器设备

5.3.1 挥发分坩埚：带有配合严密盖的瓷坩埚，形状和尺寸见图 5。坩埚总质量为 18 g~22 g，其中盖的质量为 5 g~6 g。挥发分坩埚和坩埚盖配合要严密，坩埚盖的选择要使盖与坩埚的垂直向间隙不超过 0.5 mm，坩埚和坩埚盖应该同一编号配套使用，不允许混用。

单位为毫米

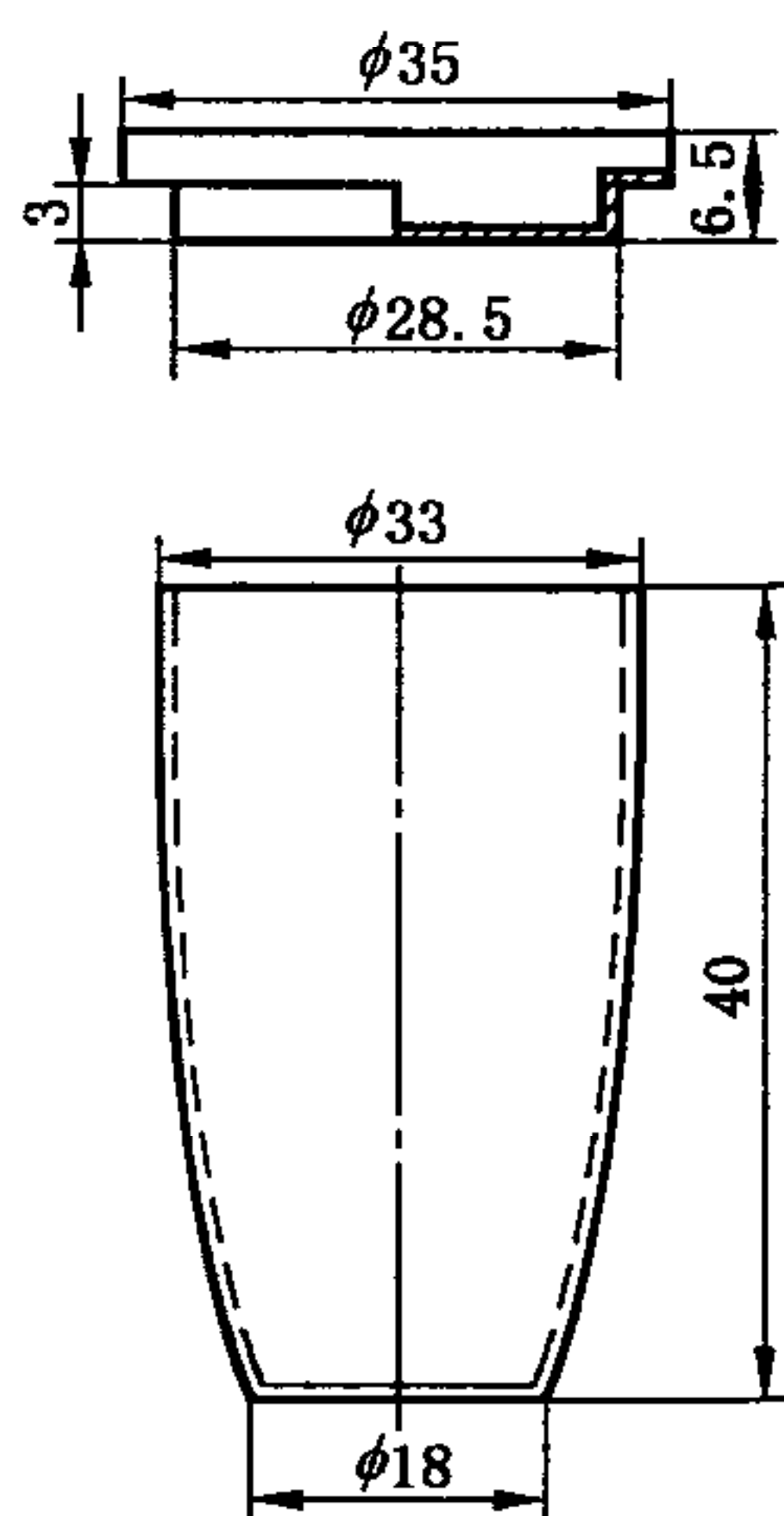


图 5 挥发分坩埚

5.3.2 马弗炉：带有测温和控温装置，能保持温度在 $900\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。炉膛具有足够的恒温区，炉后壁的上部带有直径 25 mm~30 mm、高 400 mm 的烟囱，下部带有插入热电偶的小孔，孔的位置距马弗炉炉

底 20 mm~30 mm,使插入热电偶的热接点位于恒温区的中间,见图 2。

马弗炉的热容量应该是:当起始温度为 900 °C 时,放入室温下的坩埚架和若干坩埚,关闭炉门后,在 3 min 内炉温恢复到 900 °C±10 °C。

马弗炉的恒温区应在关闭炉门下测定,并至少每半年测定一次。热电偶至少每年校准一次。

5.3.3 坩埚架:用镍铬丝或其他耐热金属丝制成,形状和尺寸见图 6。其规格尺寸以能使所有的坩埚都在恒温区内,放在坩埚架上的坩埚底部距炉底间的距离应为 30 mm~40 mm。

单位为毫米

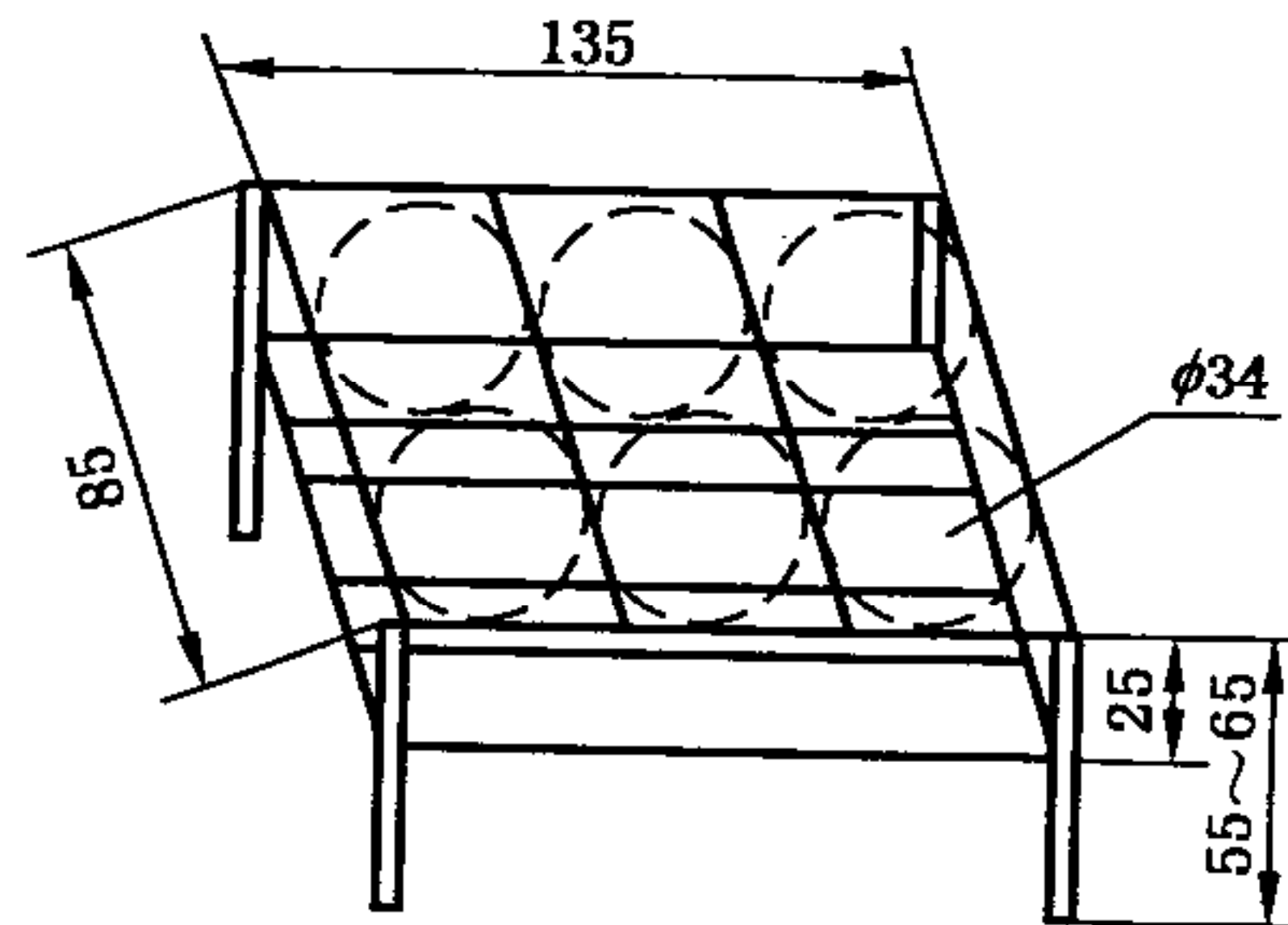


图 6 坩埚架

5.3.4 坩埚架夹:由镍铬丝或耐热金属丝制成,形状见图 7,也可用坩埚钳。

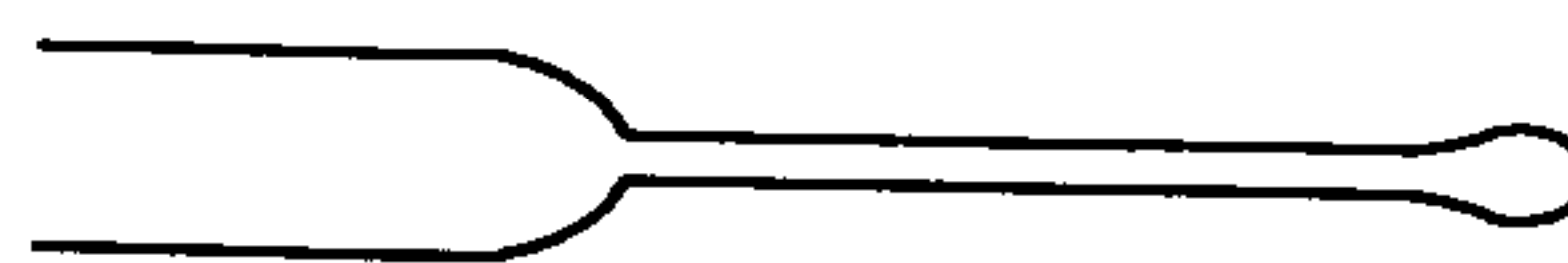


图 7 坩埚架夹

5.3.5 分析天平:感量 0.000 1g。

5.3.6 秒表。

5.3.7 干燥器:内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

5.4 试样的采取和制备

试样的采取和制备按 GB/T 1997 中规定进行。

5.5 试验步骤

5.5.1 在预先于 900 °C±10 °C 温度下灼烧至质量恒定的带盖瓷坩埚中,称取粒度小于 0.2 mm 搅拌均匀的焦炭试样 1 g±0.01 g,精确到 0.000 1 g,然后轻轻振动坩埚,使试样摊平,盖上盖子,放在坩埚架上。如果测定试样不足 6 个,则在坩埚架的空位上放上空坩埚补位。

5.5.2 将马弗炉预先升温至 900 °C±10 °C,打开炉门,迅速将放有坩埚的坩埚架送入马弗炉的恒温区内,立即关上炉门并开始计时,准确加热 7 min。坩埚和坩埚架放入后,炉温会有所下降,要求炉温必须在 3 min 内恢复到 900 °C±10 °C,并继续保持此温度到试验结束,否则此次试验作废。

注:加热时间包括温度恢复时间在内,加热过程中炉门小孔一直处于关闭状态。

5.5.3 加热到 7 min 立即从炉中取出坩埚,放在空气中冷却约 5 min,移入干燥器中冷却至室温(约 20 min)后称量。

5.6 结果计算

5.6.1 焦炭的空气干燥基挥发分按式(5)计算:

$$V_{ad} = \frac{m_6 - m_7}{m_6} \times 100\% - M_{ad} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

V_{ad} ——空气干燥基挥发分的质量分数, %;

m_6 ——空气干燥基焦炭试样的质量, 单位为克(g);

m_7 ——焦炭加热后残渣的质量, 单位为克(g)。

5.6.2 焦炭的干基挥发分按式(6)计算:

$$V_d = \frac{V_{ad}}{100 - M_{ad}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

V_d ——干基挥发分的质量分数, %。

5.6.3 焦炭的干燥无灰基挥发分按式(7) 计算:

$$V_{daf} = \frac{V_{ad}}{100 - M_{ad} - A_{ad}} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

V_{daf} ——干燥无灰基挥发分质量分数, %。

5.6.4 试验结果取两次试验结果的算术平均值。

5.7 精密度

焦炭挥发分测定的重复性和再现性, 不得超过表 3 的规定值。

表 3 %

重复性	再现性
0.30	0.40

6 焦炭固定碳的计算

6.1 焦炭的空气干燥基固定碳按式(8)计算:

$$FC_{ad} = 100 - M_{ad} - A_{ad} - V_{ad} \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

FC_{ad} ——空气干燥基固定碳的质量分数, %。

6.2 焦炭的干基固定碳按式(9)计算:

$$FC_d = 100 - A_d - V_d \quad \dots\dots\dots(9)$$

式中:

FC_d ——干基固定碳的质量分数, %。

7 自动工业分析仪测定方法

详见附录 A, 此方法不作为仲裁方法。

8 试验报告

试验报告应包含下列信息:

- a) 试样编号;

- b) 依据的标准；
- c) 结果计算及测定结果；
- d) 试验中观察到的异常情况；
- e) 试验日期。

附录 A

(规范性附录)

自动工业分析仪测定方法

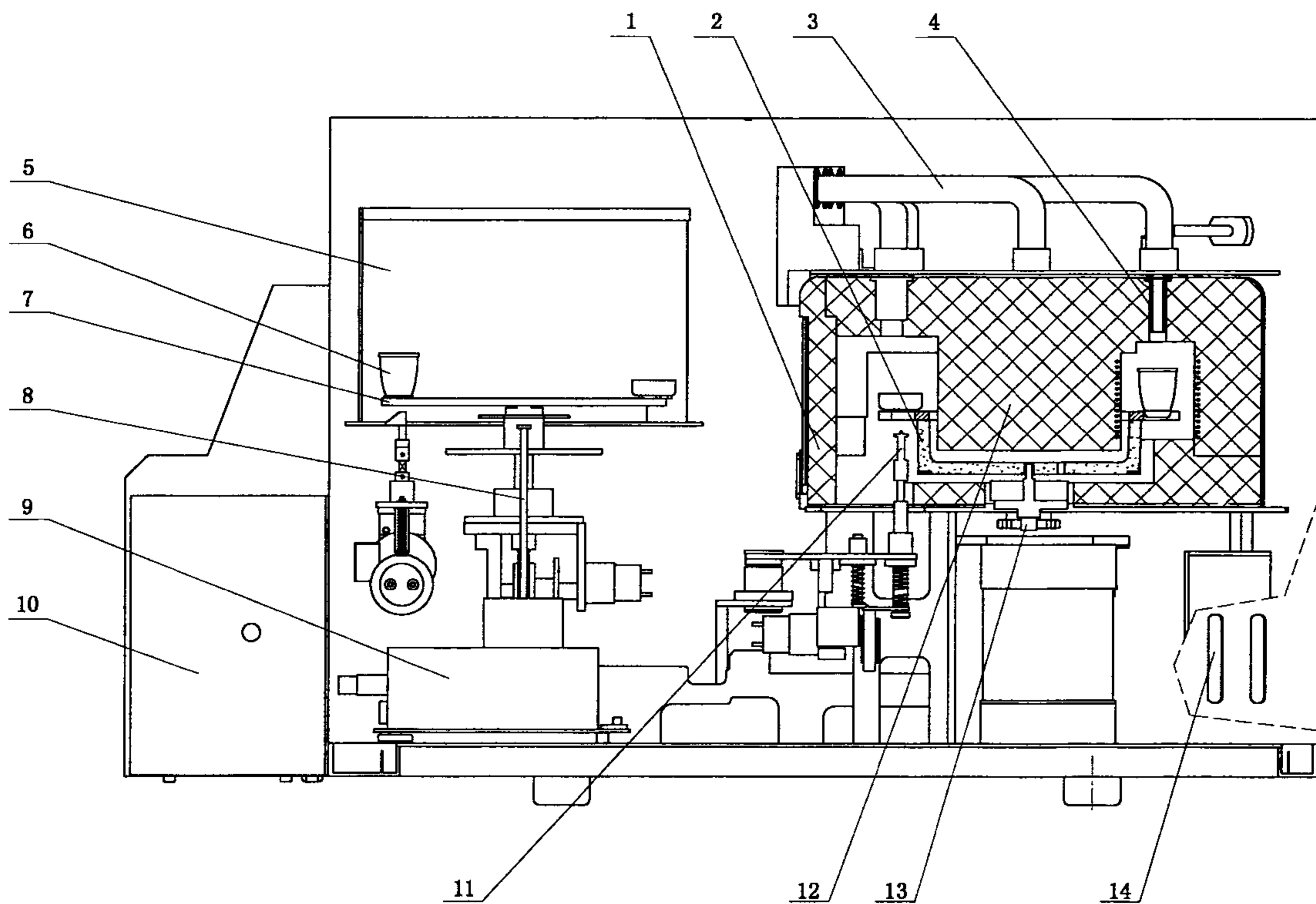
A.1 自动工业分析仪主要测定焦炭空气干燥基的水分、灰分和挥发分。图 A.1 是一种比较适宜的自动工业分析仪结构示意图。它是电子天平称重技术、微机技术与加热炉的巧妙结合的产物,主要组成部件是放样盘、低温炉、高温炉、电子天平、送样装置和计算机。

A.1.1 放样盘:专用于放置待测样品和测试完成后回送的样品。

A.1.2 低温炉:用于样品的水分测定及灰分灼烧后或挥发分加热后样品的保温、冷却、称量计算及丢弃;控温范围:室温至 110 °C。

A.1.3 高温炉:用于灰分或挥发分样品的灼烧或加热;控温范围:室温至 950 °C。

A.1.4 送样装置:送样装置是一种机械传动装置,将装有样品的坩埚输送到规定位置。



说明:

- | | |
|-----------|-------------|
| 1——炉门; | 8——称样杆; |
| 2——高温样品架; | 9——天平; |
| 3——排烟管; | 10——弃样盒; |
| 4——高温热电偶; | 11——移动送样装置; |
| 5——低温炉; | 12——高温炉; |
| 6——坩埚; | 13——进气管; |
| 7——恒温样品架; | 14——流量计。 |

图 A.1 自动工业分析测定仪结构图

- A.2 按自动工业分析仪说明书进行操作,设备每天使用前应进行校准。
- A.3 每炉试验要带至少一个标准样品进行同步测定。
- A.4 所用灰皿、挥发分坩埚使用前应灼烧至质量恒重。
- A.5 凡能达到以下要求的其他形式的自动工业分析仪均可使用:
- 高温炉能加热至 $900\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$,并能在放入样品后炉温必须在 3 min 内恢复到 $900\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$;
 - 炉内有足够的空气供样品燃烧;
 - 送样装置应定位正确,运转灵活无卡涩;
 - 所有数据应为实测所得,不得进行数据校正。
-

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
焦炭工业分析测定方法
GB/T 2001—2013

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址 www.spc.net.cn

总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235

读者服务部:(010)68523946

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 1 字数 24 千字
2014年3月第一版 2014年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-48212

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)68510107



GB/T 2001-2013