

ICS 27.100

D 21

备案号: 19451-2007

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1030 — 2006

煤的工业分析 自动仪器法

Test methods for proximate analysis of coal by automatic
instrumental procedures



2006-12-17 发布

2007-05-01 实施

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 术语和定义	1
4 试剂和材料	1
5 仪器设备	2
6 标准法	2
7 快速法	5
附录 A (资料性附录) 几种自动工业分析仪的结构示意图	8
附录 B (规范性附录) 快速法测定结果的校准方法	10

前 言

本标准是根据《国家发展改革委办公厅关于印发 2005 年行业标准项目计划的通知》（发改办工业〔2005〕739 号）的安排制定的。

本标准是参照美国材料试验协会标准 ASTM D 5142-02a《煤和焦炭样品的工业分析方法——仪器法》制定的。但在主要技术内容如试验仪器、测定条件、方法的精密度与准确度等方面与该标准相比均存在很大差异，更适合中国国情。

本标准的附录 A 是资料性附录，附录 B 是规范性附录。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口并解释。

本标准起草单位：湖北省电力试验研究院。

本标准参加起草单位：长沙开元仪器有限公司、湖南三德科技发展有限公司。

本标准主要起草人：张太平、罗建文、吴汉炯。

煤的工业分析 自动仪器法

1 范围

本标准规定了使用专用自动工业分析仪测定煤的水分、灰分和挥发分的标准法和快速法，以及计算固定碳的方法。

本标准适用于无烟煤、烟煤和褐煤。

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 3863 工业用氧

GB/T 8979 纯氮

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

浮力效应 **effect of floatation**

一个在热作用下不发生化学变化的物体，加热时，由于受到气体密度、气体流量和温度等因素的影响，相对于常温实验室的称量条件而产生的质量增加或减少的现象。假定某物体在室温实验室条件下的质量为 m_s ，加热到高温时的表观质量为 m_b ，则浮力效应值 $\Delta_m = m_b - m_s$ 。

3.2

标准法 **standard methods**

测定条件与国家标准方法相同或相近，经试验验证精密度和准确度与国家标准方法相同的仪器测定法（可替代方法）。

3.3

快速法 **field methods**

测定条件与国家标准方法不同，测定速度明显优于国家标准方法，经试验验证精密度和准确度与国家标准方法基本相同的仪器测定法。

3.4

复式测定法 **simultaneous methods**

每次试验可同时测定多个试样的仪器测定法。

3.5

单式测定法 **single methods**

每次试验只测定一个试样的仪器测定法。

4 试剂和材料

4.1 纯氮（见 GB/T 8979）：纯度不小于 99.99%。

4.2 工业用氧（见 GB/T 3863）：纯度不小于 99.2%。

4.3 变色硅胶干燥剂：做干燥剂用。

5 仪器设备

5.1 干燥器：内装变色硅胶干燥剂，用于存放坩埚。

5.2 压饼机：螺旋式或杠杆式，用于把褐煤、长焰煤等高挥发分空气干燥煤样压制直径约为 10mm 的煤饼。

5.3 专用自动工业分析仪：结构组成参见附录 A。

5.3.1 加热炉：带有气体进出口和自动控温装置。

加热炉膛可分为卧式盆（环）状型和立式管状型。卧式盆（环）状型炉内坩埚架上可同时放置数只坩埚；立式管状型炉内一次试验只能放置一只坩埚。炉膛应具有较小的自由空间且具有足够大的恒温区；内表面应干净整洁，不掉皮（粉）、无脱落；周围布置加热元件和耐高温材料，绝热良好。

测定水分时，炉温应能分别保持在 105℃~110℃、115℃~125℃和 125℃~135℃范围内；测定灰分时，炉温应能分别保持在 490℃~510℃和 805℃~825℃范围内；测定挥发分时，炉温应能保持在 890℃~910℃范围内。上述温度范围应每半年校准一次。

5.3.2 样品支撑杆（称杆）：安装在内置电子天平传感器上的瓷杆或石英杆，其顶端可用来承托坩埚，代替天平称盘。

5.3.3 坩埚架与送样装置：坩埚架用来放置坩埚，用金属材料或耐高温材料制成。卧式盆（环）状型炉内的坩埚架用耐高温材料制成，在 800℃~900℃高温下不发生化学反应、不变形且具有足够的强度。

送样装置是一种机械传动装置，可使坩埚架旋转、升降或使加热炉升降，完成样品的称量，同时，将盛样坩埚输送到规定位置。送样装置应定位正确，运转灵活无卡涩。

5.3.4 内置电子天平：感量 0.1mg，拆卸方便，便于维护、校准与检定。应有可靠措施防止天平工作环境温度超出规定要求，避免加热炉的热辐射作用对天平性能产生显著影响。

5.3.5 浅壁坩埚：瓷或石英制品，用来测定水分和灰分。瓷坩埚表面应涂釉，其底面积不应小于 7.5cm²，高度约 1cm。

5.3.6 深壁坩埚：瓷或石英制品，有带盖和不带盖两种，带盖坩埚应配合严密。在快速分析方法中用来连续测定水分、挥发分和灰分。瓷坩埚表面应涂釉，其底面积不应小于 4cm²，容积约为 12cm³。

5.3.7 挥发分坩埚：带有配合严密的盖。除底部外表外，其余部位均涂釉，内表面形状、尺寸、壁厚应符合 GB/T 212 中挥发分坩埚的规定。

5.3.8 进气与排气装置：进气装置包括减压阀与压力表、耐压导气管、流量计和安装在炉内的气体分配器，应能满足试验中气氛控制的要求，并使气流与样品充分接触；排气装置包括排气管和风扇或风机，应能及时有效地将试验中产生的烟和其他气体排出实验室外。

5.3.9 微机：硬件配置和软件应满足仪器运行控制的要求和本标准的相关规定。

6 标准法

6.1 概述

本方法对使用专用自动工业分析仪测定煤的水分、灰分、挥发分的方法进行了规定，可作为 GB/T 212 中水分测定通氮干燥法、灰分测定的缓慢灰化法以及挥发分测定方法的替代方法，其测定结果与 GB/T 212 等同使用。

6.2 方法提要

在浅壁坩埚中称取一定量的空气干燥煤样置于专用自动工业分析仪的加热炉内，在 105℃~110℃干燥氮气流中加热至质量恒定。根据煤样的质量损失计算出水分的百分含量。然后，将干燥后的煤样（也

可另外称取空气干燥煤样)在氧气流或空气流中按规定的速度加热到 $815^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$, 在此温度下灼烧至质量恒定。以残留物的质量占煤样的百分数作为灰分。另在挥发分坩埚中称取一定量的空气干燥煤样在 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 下, 加热 7min, 以减少质量占样品的百分数减去该煤样空气干燥水分含量作为煤样的挥发分。

6.3 分析步骤

6.3.1 水分和灰分的测定

6.3.1.1 水分和灰分的测定采用复式法, 可选用具有卧式盆状炉型或卧式环状炉型的专用自动工业分析仪, 参见附录 A 中图 A.1 及图 A.2。

6.3.1.2 选择若干质量相近的浅壁不带盖坩埚放在 $815^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的高温炉中灼烧至质量恒定, 放在装有干燥剂的干燥器中备用。

6.3.1.3 按照仪器说明书的要求开机, 并接通内置电子天平电源, 预热 30min 以上。

6.3.1.4 从干燥器中取出若干个已灼烧质量恒定的坩埚, 放在坩埚架上, 仪器自动称出空坩埚的质量, 称准至 0.0002g。

6.3.1.5 取出 $1\text{g} \pm 0.1\text{g}$ 粒度小于 0.2mm 的空气干燥煤样置于坩埚内, 并均匀摊平。仪器自动称出盛样坩埚的质量。应按仪器说明书要求留出一个或多个空坩埚进行空白试验, 用以确定和校正浮力效应值。

6.3.1.6 向仪器通入氮气(对于无烟煤和烟煤, 当进行非仲裁分析时, 可用干燥空气或普氮代替纯氮), 按炉内每小时换气 30 次~60 次控制流量, 冲洗炉膛 3min~5min 后, 将样品送入已加热到 $105^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ 的炉内, 或按适当速率(以温度不超出 110°C 为原则)将炉温升至 $105^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$, 在此温度下持续加热 60min。

进行检查性干燥, 每隔 10min 称量一次热态样品(既可直接称量炉内样品, 也可称量从炉内移出后的样品), 但样品温度应保持在 $105^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$, 称准至 0.0002g。直到连续 10min 样品质量变化不超过 0.0005g, 或样品质量明显增加时为止, 水分测定试验结束。在前一种情况下, 采用最后一次称量数据作为计算依据; 在后一种情况下, 采用增重前的那一次称量数据作为计算依据。

6.3.1.7 改通氧气, 流量按每小时换气 30 次~60 次控制, 或通干燥空气, 流量按每小时换气 60 次~120 次控制。同时, 在不小于 30min 的时间内将炉温升至 $500^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$, 在此温度下保持 30min, 接着按 $40^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 50^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率将炉温升至 $815^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$, 在此温度下灼烧 60min。

进行检查性灼烧, 每隔 10min 称量一次热态样品(既可直接称量炉内样品, 也可称量从炉内移出后的样品, 但样品温度应保持在 100°C 以上), 称准至 0.0002g。直到连续 10min 样品质量变化不超过 0.0005g, 灰分测定试验结束。采用最后一次称量数据作为计算依据。

6.3.2 挥发分的测定

6.3.2.1 挥发分的测定可采用复式法也可采用单式法, 可选用具有卧式环状炉型或立式管状炉型的自动工业分析仪, 参见附录 A 图 A.2、图 A.3。

6.3.2.2 选择若干个质量相近的带有严密盖的挥发分坩埚, 放在 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 高温炉内灼烧至质量恒定, 放在干燥器中备用。

6.3.2.3 按仪器说明书的要求开机, 并接通内置电子天平电源, 预热 30min 以上。

6.3.2.4 从干燥器中取出若干个已灼烧至质量恒定的带盖挥发分坩埚, 放在坩埚架上, 仪器自动称出空坩埚的质量, 称准到 0.0002g。

6.3.2.5 取出粒度小于 0.2mm 的空气干燥煤样 $1\text{g} \pm 0.1\text{g}$ 均匀摊平在坩埚底部, 盖上盖, 使其配合严密, 仪器自动称出每个盛样坩埚质量, 称准至 0.0002g。应按仪器说明书要求留出一个或多个空坩埚进行空白试验, 以确定和校正浮力效应值。

褐煤和长焰煤应预先压饼, 并切成约 3mm 的小块; 低挥发分无烟煤称样后应加几滴挥发性液体, 如苯。

6.3.2.6 将装有样品的带盖坩埚送入 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 恒温区内, 准确加热 7min, 然后在 $100^{\circ}\text{C} \sim 110^{\circ}\text{C}$ 恒温箱中冷却, 仪器自动称出盛样坩埚质量, 称准至 0.0002g 。坩埚刚放入时, 炉温会有所下降, 但应在 3min 内使炉温恢复到 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ (如有必要, 可先将炉温提高至 920°C 后放入样品), 此后应一直保持在 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 内, 否则试验结果作废。加热时间包括温度恢复时间在内。

6.3.2.7 区分测定挥发分后所得焦渣类别, 可按 GB/T 212 中的有关规定进行。

6.4 结果计算

6.4.1 空气干燥煤样的水分含量按公式 (1) 计算:

$$M_{\text{ad}} = \frac{m_1 - m_2}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (1)$$

式中:

M_{ad} ——空气干燥煤样水分含量, %;

m_0 ——室温下不带盖空坩埚质量, g;

m_1 ——加热前样品和坩埚的质量, g;

m_2 ——加热干燥后并经校正浮力效应值后的样品和坩埚的质量, g。

6.4.2 空气干燥煤样的灰分按公式 (2) 计算:

$$A_{\text{ad}} = \frac{m_3 - m_0}{m_1 - m_0} \times 100 \quad (2)$$

式中:

A_{ad} ——空气干燥煤样灰分, %;

m_0 ——室温下不带盖空坩埚质量, g;

m_1 ——加热前样品和坩埚的质量, g;

m_3 ——灰化后并经校正浮力效应值后的样品和坩埚质量, g。

6.4.3 空气干燥煤样挥发分按公式 (3) 计算:

$$V_{\text{ad}} = \frac{m_5 - m_6}{m_5 - m_4} \times 100 - M_{\text{ad}} \quad (3)$$

式中:

V_{ad} ——空气干燥煤样挥发分, %;

m_4 ——室温下带盖空坩埚质量, g;

m_5 ——加热前样品和坩埚的质量, g;

m_6 ——加热后经校正浮力效应值后带盖坩埚和样品质量, g。

6.4.4 方法的精密度。

6.4.4.1 水分测定的重复性见表 1。

表 1 水分测定的重复性

%

水分 (M_{ad})	重复性
<5.00	0.20
5.00~10.00	0.30
>10.00	0.40

6.4.4.2 灰分测定的重复性和再现性见表 2。

表2 灰分测定的重复性和再现性

%

灰分	重复性 (A_{ad})	再现性 (A_d)
<15.00	0.20	0.30
15.00~30.00	0.30	0.50
>30.00	0.50	0.70

6.4.4.3 挥发分测定的重复性和再现性见表3。

表3 挥发分测定重复性和再现性

%

挥发分	重复性 (V_{ad})	再现性 (V_d)
<20.00	0.30	0.50
20.00~40.00	0.50	1.00
>40.00	0.80	1.50

6.4.5 煤的固定碳按公式(4)计算:

$$FC_{ad}=100 - (M_{ad}+A_{ad}+V_{ad}) \quad (4)$$

式中:

FC_{ad} ——空气干燥基固定碳, %;

M_{ad} ——空气干燥基水分, %;

A_{ad} ——空气干燥基灰分, %;

V_{ad} ——空气干燥基挥发分, %。

7 快速法

7.1 概述

本方法对使用专用自动工业分析仪依次连续测定水分、挥发分、灰分(或水分、灰分)的方法进行了规定。本方法作为日常分析方法,仅可用于日常生产监督与控制分析。

7.2 复式测定法

7.2.1 方法提要

在不加盖坩埚中称取一定量的空气干燥煤样置于加热炉内,在规定温度的干燥氮气流中,加热规定的时间后,根据煤样的质量损失计算水分百分含量。如需测定挥发分,可将上述测定水分后的样品在隔绝空气(坩埚加盖)条件下,逐渐升温至 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$,准确加热7min,以减少质量占样品质量的百分数作为挥发分。接着使样品在氧气或空气流中于 $815^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 灼烧规定时间,以残留物的质量占煤样的百分数作为灰分。挥发分和灰分测得结果应经校准后方可作为最终结果报出。如不测定挥发分,可将上述测定水分后的样品,在氧气或空气流中按规定速度加热至 $815^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 灼烧规定时间,以残留物的质量占煤样的百分数作为灰分。在这种情况下,灰分测定结果不必校准。

7.2.2 仪器

测定仪器应是具有卧式盆(环)状型炉的专用自动工业分析仪,参见附录A图A.1及图A.2。

7.2.3 分析步骤

7.2.3.1 根据需要选择若干个带盖深壁坩埚在 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定(如不测定挥发分,可选用

浅壁坩埚), 放在干燥器内备用。

7.2.3.2 按仪器说明书要求, 开机并打开内置电子天平预热 30min 以上。

7.2.3.3 将若干个坩埚放在坩埚架上, 分别称量加盖和不加盖坩埚质量, 称准至 0.0002g。

7.2.3.4 将 0.5g~0.6g 粒度小于 0.2mm 的空气干燥煤样放入坩埚内, 摊平, 仪器自动称量样品和不带盖坩埚质量, 称准至 0.0002g。按仪器说明书要求, 应留出一个或多个空坩埚进行空白试验, 以确定和校正浮力效应值。

7.2.3.5 测定水分: 按每小时换气 30 次~60 次控制纯氮流量。对于无烟煤和烟煤升温至 $130^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 持续加热 10min~15min; 对于褐煤升温至 $120^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$, 持续加热 20min~25min。仪器自动称出干燥后盛样坩埚质量, 称准至 0.0002g。

7.2.3.6 如需测定挥发分, 应打开炉盖, 盖上坩埚盖, 在一直通氮的条件下, 以 $40^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 50^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 的速率直接升温至 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$, 保持 7min。然后半开炉盖, 停止通氮, 使炉温逐渐降至 $200^{\circ}\text{C} \sim 250^{\circ}\text{C}$ 以下, 关上炉盖并控制炉温在 $300^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$, 仪器自动称出加热后带盖坩埚和样品的质量, 称准至 0.0002g。如不测定挥发分, 可将上述测定水分后的样品按下述 7.2.3.7 步骤进行。

7.2.3.7 测定灰分: 打开炉盖, 取下坩埚盖, 然后关上炉盖。按每小时换气 30 次~60 次改通氧气或按每小时换气 60 次~120 次改通空气, 同时, 按 $30^{\circ}\text{C}/\text{min} \sim 40^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 升温至 $815^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$, 在此温度下灼烧 15min~20min, 仪器自动称出灰化后坩埚和样品的质量, 称准至 0.0002g。

7.2.4 结果计算

7.2.4.1 空气干燥煤样水分按公式 (1) 计算。

7.2.4.2 空气干燥煤样挥发分按公式 (3) 计算。

7.2.4.3 空气干燥煤样灰分按公式 (2) 计算。

7.2.5 测定结果的校准

把上述灰分、挥发分测定结果换算成干燥基, 并遵照附录 B 中规定的校准方法进行校准, 把校准后的结果作为其最终结果报出。空气干燥水分按实测值报出。

7.2.6 方法的精密度

水分、挥发分和灰分测定的精密度同表 1、表 3、表 2。

7.2.7 固定碳的计算

固定碳按公式 (4) 计算。在计算之前, 应将校准后的挥发分和灰分测定结果换算成空气干燥基。

7.3 单式测定法

7.3.1 方法提要

在不加盖坩埚中称取一定量的空气干燥煤样置于加热炉内, 在规定温度的干燥氮气流中, 加热规定时间后, 根据煤样质量损失计算水分百分含量。将上述干燥后的样品在一直通氮条件下送至温度为 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的加热炉内加热 7min, 以减少质量占样品质量的百分数作为挥发分。接着使样品在氧气流中于 $815^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 灼烧规定时间, 以残留物的质量占煤样的百分数作为灰分。挥发分和灰分测定结果应经校准后方可作为最终结果报出。

7.3.2 仪器

应使用具有立式炉的专用自动工业分析仪。参见附录 A 图 A.4。

7.3.3 分析步骤

7.3.3.1 根据需要使用若干不带盖深壁坩埚在 $900^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 灼烧至质量恒定, 放在干燥器中备用。

7.3.3.2 按仪器说明书要求, 开机并打开内置电子天平电源, 预热 30min 以上。

7.3.3.3 按仪器说明书要求, 进行空白试验, 以确定和校正浮力效应值。

7.3.3.4 将若干个坩埚放在坩埚架上, 仪器自动称量空坩埚质量, 称准至 0.0002g。

7.3.3.5 将 0.5g~0.6g 粒度小于 0.2mm 的空气干燥样品放入坩埚中, 摊平, 仪器自动称量坩埚和样品质量, 称准至 0.0002g。

7.3.3.6 测定水分：控制纯氮流量 $1\text{L}/\text{min} \pm 0.1\text{L}/\text{min}$ 。对于无烟煤和烟煤将样品送入 $130^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 恒温区持续加热 $10\text{min} \sim 15\text{min}$ ；对于褐煤将样品送入 $120^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 恒温区持续加热 $20\text{min} \sim 25\text{min}$ 。仪器自动称量干燥后样品和坩埚质量，称准至 0.0002g 。

7.3.3.7 测定挥发分：控制纯氮流量 $1.5\text{L}/\text{min} \pm 0.1\text{L}/\text{min}$ ，将样品送入 $900^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 恒温区加热 7min 。仪器自动称出加热后坩埚和样品质量，称准至 0.0002g 。

7.3.3.8 测定灰分：改通氧气，流量控制在 $1.0\text{L}/\text{min} \sim 1.5\text{L}/\text{min}$ ，同时使炉温降至 $815^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 或将样品送入 $815^\circ\text{C} \pm 10^\circ\text{C}$ 的恒温区内，在此温度下，灼烧 $15\text{min} \sim 20\text{min}$ ，仪器自动称出灰化后样品和坩埚质量，称准至 0.0002g 。

7.3.4 结果计算

7.3.4.1 空气干燥煤样水分按公式 (1) 计算。

7.3.4.2 空气干燥煤样挥发分按公式 (5) 计算：

$$V_{\text{ad}} = \frac{m_8 - m_9}{m_8 - m_7} \times 100 - M_{\text{ad}} \quad (5)$$

式中：

V_{ad} —— 空气干燥煤样挥发分；

M_{ad} —— 空气干燥煤样水分；

m_7 —— 深壁不带盖空坩埚质量；

m_8 —— 坩埚和样品质量；

m_9 —— 加热后并扣除浮力效应值后坩埚和样品质量。

7.3.4.3 空气干燥煤样灰分按公式 (2) 计算。

7.3.5 测定结果的校准

同 7.2.5。

7.3.6 方法的精密度

同 7.2.6。

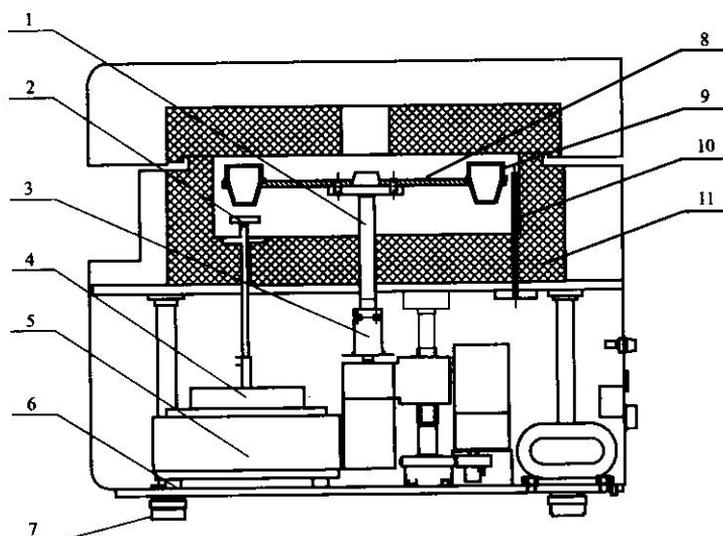
7.3.7 固定碳的计算

同 7.2.7。

附录 A
(资料性附录)
几种自动工业分析仪的结构示意图

A.1 卧式盆状炉型的专用自动工业分析仪

卧式盆状炉型的专用自动工业分析仪结构示意图见图 A.1。

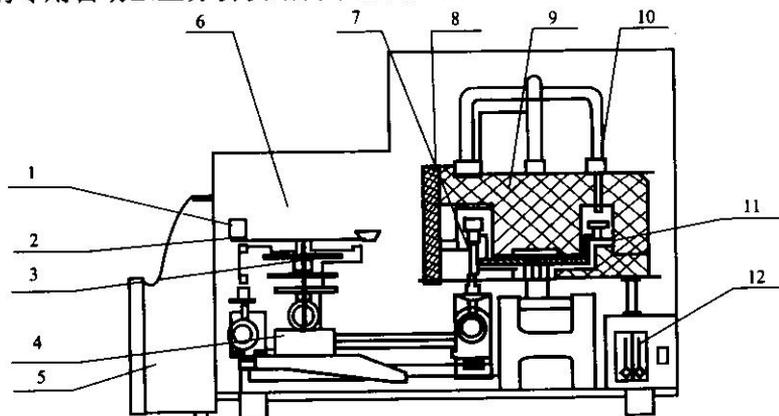


1—转盘支杆；2—称杆；3—分度盘；4—防风罩；5—天平；6—天平支杆；
7—地脚螺栓；8—转盘；9—坩埚；10—热电偶；11—高温炉

图 A.1 卧式盆状炉型的专用自动工业分析仪结构示意图

A.2 卧式环状炉型的专用自动工业分析仪

卧式环状炉型的专用自动工业分析仪结构示意图见图 A.2。

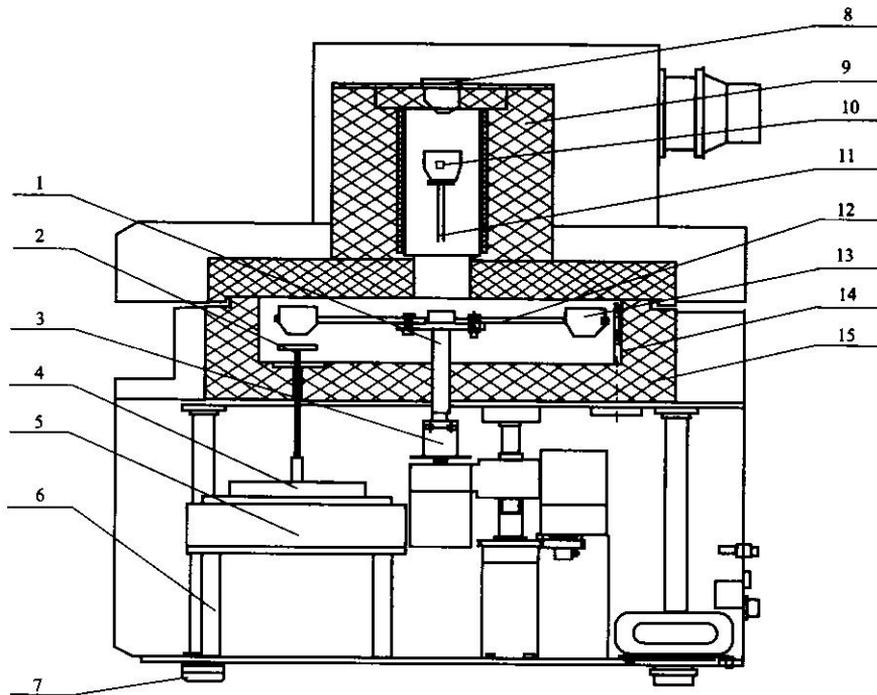


1—坩埚；2—坩埚架；3—称样杆；4—天平；5—弃样盒；
6—恒温室；7—移动送样装置；8—炉门；9—高温炉；
10—热电偶；11—样品燃烧架；12—流量计

图 A.2 卧式环状炉型的专用自动工业分析仪结构示意图

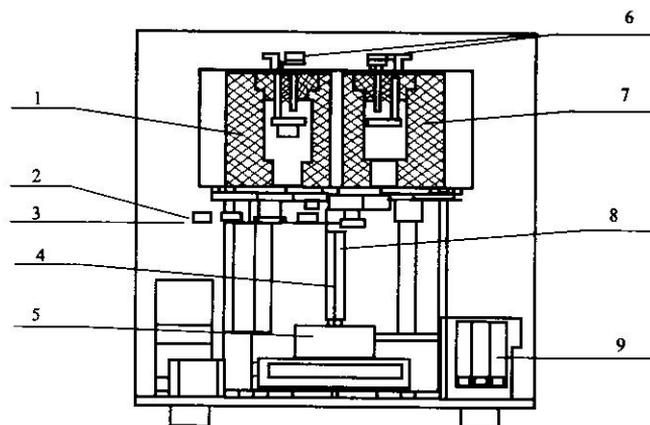
A.3 立式管状炉型的专用自动工业分析仪

两种立式管状炉型的专用自动工业分析仪结构示意图见图 A.3 及图 A.4。



1—转盘支杆；2—称杆；3—分度盘；4—防风罩；5—天平；6—天平支杆；
7—地脚螺栓；8—高温炉上盖；9—高温炉；10、14—热电偶；
11—送样机构及送样杆；12—转盘；13—坩埚；15—恒温炉

图 A.3 立式管状炉型的专用自动工业分析仪结构示意图 (1)



1—低温炉；2—坩埚；3—坩埚架；4—称样杆；5—天平；
6—热电偶；7—高温炉；8—送样装置；9—流量计

图 A.4 立式管状炉型的专用自动工业分析仪结构示意图 (2)

附录 B
(规范性附录)
快速法测定结果的校准方法

B.1 选择三种及以上类别与日常样品相同或相近,组成含量覆盖日常样品范围的典型煤样,按 GB/T 212 中规定的标准方法,分别进行水分、灰分和挥发分的测定,重复测定两次,取平均值作为真实值 y_i (灰分、挥发分换算成干燥基)。也可选用标准煤样代替,把标准煤样的标准值作为真实值。

B.2 按方法 B (快速法 复式测定法),对上述样品分别进行两次重复测定,取平均值,作为测定值 (x_i)。

B.3 得到下列数据 (x_1, y_1), (x_2, y_2), ..., (x_n, y_n)。

B.4 计算:

$$L_{xx} = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2 = \sum_{i=1}^n x_i^2 - \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i^2 \quad (\text{B.1})$$

$$L_{xy} = \sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})(y_i - \bar{y}) = \sum_{i=1}^n x_i y_i - \frac{1}{n} \left(\sum_{i=1}^n x_i \right) \left(\sum_{i=1}^n y_i \right) \quad (\text{B.2})$$

$$b = \frac{L_{xy}}{L_{xx}} \quad (\text{B.3})$$

$$a = \bar{y} - b\bar{x} = \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n y_i - b \frac{1}{n} \sum_{i=1}^n x_i \quad (\text{B.4})$$

B.5 校准方程为 $y = a + bx$ 。将实测值 x 代入此式即得校准值 y 。

B.6 举例:

用某种型号的仪器按方法 B (复式测定法) 分别测定三种褐煤样品的挥发分,重复两次测定平均值 (指干燥基,以下同) 分别为: 45.62%, 35.46%, 25.04%; 按 GB/T 212 中规定的方法分别测定上述三种煤样,重复两次测定平均值分别为: 47.40%, 37.38%, 26.66%。按式 (B.1) ~ 式 (B.4) 计算得校准方程为: $y = 1.008x + 1.495$, 现用该仪器分别测定另外两种褐煤样挥发分,重复两次测定平均值分别为 41.27% 和 28.31%, 校准后两种褐煤样挥发分值应该是: 43.10%, 30.04%。

中 华 人 民 共 和 国
电 力 行 业 标 准
煤的工业分析 自动仪器法
DL/T 1030—2006

*

中国电力出版社出版、发行
(北京三里河路6号 100044 <http://www.cepp.com.cn>)
北京博图彩色印刷有限公司印刷

*

2007年5月第一版 2007年5月北京第一次印刷
880毫米×1230毫米 16开本 0.75印张 22千字
印数 0001—3000册

*

统一书号 155083·1675 定价 5.00元

敬告读者

本书封面贴有防伪标签，加热后中心图案消失
本书如有印装质量问题，我社发行部负责退换

版权专有 翻印必究



155083.1675