|  |  |
| --- | --- |
| ICS 73.040 CCS D21 |  |
|  | 团 体 标 准 |

P/CIQA-172—2024



无烟煤发热量检测方法 氧弹多次充氧法

Multiple oxygenation method to determine anthracite calorific value

（征求意见稿）

XXXX - XX - XX 发布 XXXX - XX - XX 实施

中 国 出入境检验检疫协会发 布

P/CIQA-172-2024

前 言

本文件按照GB/T 1.1-2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起 草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国出入境检验检疫协会综合质量服务标准化技术委员会（CIQA/TC12）提出并归口。

本文件起草单位：中国检验认证集团河北有限公司、中国检验认证集团秦皇岛有限公司、必维(河 北)大宗商品检验有限公司。

本文件主要起草人：XXX、XXX、XXX、XXX、XXX。

本文件版权归中国出入境检验检疫协会所有。任何单位和个人未经许可，不得以营利为目的，印制、 出版、翻译、转发或复制全文或部分文字。

无烟煤发热量检测方法 多次充氧法

1 范围

本文件规定了无烟煤发热量检测方法-多次充氧法的条件和详细分析步骤。

本文件适用无烟煤发热量的检测。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件， 仅该日期对应的版本适用于本文件；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 211 煤中全水的测定方法

GB/T 212 煤的工业分析方法

GB/T 213 煤的发热量测定方法

GB/T 474 煤样的制备方法

GB/T 476 煤中碳和氢的测定方法

GB/T 483 数字修约规则

3 原理

通过多次反复向氧弹内充氧和放气，置换出氧弹内的空气，使氧弹中气体含量接近纯氧。使难以燃 烧完全燃烧的无烟煤充分燃烧，测得准确热值。

4 试剂和溶液

除另有说明外，所用试剂均为分析纯，水为GB/T6682中4.3和5中规定的三级水及以上。

4.1 氧气：至少 99.5%纯度，不含可燃成分，不允许使用电解氧，氧气瓶压力不低于 5.0MPa。

4.2 苯甲酸：基准量热物质，二等或二等以上，其标准热值经权威计量机构确定或可以明确溯源到权 威计量机构。

4.3 点火丝：直径0.1mm 左右的铂、铜、镍丝或其他已知热值的金属丝或棉线，如使用棉线应选用粗

细均匀，不涂蜡的白棉线。

4.4 点火导线：直径 0.3mm 左右的镍铬丝。

5 仪器和设备

5.1 分析天平：感量 0.1mg。

5.2 量热仪：可进行充氧控制的恒容全自动量热仪。

5.3 燃烧皿：量热仪配套规格。

6 分析步骤

6.1 样品制备

按GB/T 474 煤样的制备方法，制备样品空干备用。

6.2 设备校正

热容量标定应进行5次重复试验，计算5次重复试验结果的平均值和相对标准差，其相对标准差不应 超过0.20%；若超过0.20%，再补做一次试验，取符合要求的5次结果的平均值，修约至1J/k，作为该仪 器的热容量。

6.3 样品测定

在燃烧皿中称取粒度小于0.2mm的空气干燥煤样（0.9-1.1）g，称准到0.0002g，轻轻压实。往氧弹 中加入10ml蒸馏水。小心拧紧氧弹盖，往氧弹中缓缓充入氧气，直至压力到3.0MPa，达到压力后的持续 充氧时间不得少于15s；轻轻按压放气阀将氧弹内气体缓慢排出，当氧弹内压力达到大气压时，重新充 入氧气，反复充放三次后，再次充氧至3.0MPa，达到压力后的持续充氧时间不得少于15s。将氧弹放入 设备中进行点火测量，设备自动计算热值，记录结果。

6.4 测量结果计算

6.4.1 结果表述

取高位发热量的两次在重复性限内结果的平均值，按GB/T483 数字修约规则修约到最接近的10J/g 的倍数，按J/g或MJ/kg的形式报出。

6.4.2 精密度

|  |  |  |
| --- | --- | --- |
| 高位发热量/（J/g） | 重复性限 J/g | 再现性临界差 J/g |
| 120 | 300 |

6.4.3 恒容高位发热量

Qgr ，ad = Qb ，ad − （94. 1Sb ，ad + αQb ，ad）

式中：

Qgr，ad—空气干燥无烟煤恒容高位发热量，单位焦耳每克（J/g）；

Qb，ad —设备测得弹筒热值，单位焦耳每克（J/g）；

94.1—无烟煤中每1.00%硫的校正值，单位焦耳每克（J/g）；

Sb，ad—弹筒洗液测得硫含量，当全硫低于4.00%时，或者弹筒热值大于14600J/g时可以用煤样全硫 （按照GB/T214测得）代替；

α—硝酸形成热校正系数；

当Qb，ad≤16.7MJ/Kg, α=0.0010；

当16.70＜Qb，ad≤25.10MJ/Kg, α=0.0012；

当Qb，ad＞25.10MJ/Kg, α=0.0016 ；

6.4.4 恒容低位发热量



式中：

Qnet,v,ar—无烟煤的收到基恒容低位热热量，单位为焦耳每克（J/g）；

Qgr,v,ad—无烟煤的空气干燥基恒容高位发热量，单位焦耳每克（J/g）；

Had—无烟煤的空气干燥基氢的质量分数，单位为百分比（%）；

Mt—无烟煤的收到基全水分的质量分数，单位为百分比（%）；

Mad—无烟煤的空气干燥基水分的质量分数，单位为百分比（%）；

206—对应于空气干燥煤样中每1%氢的气化热校正值（恒容），单位为焦耳每克（J/g）； 23—对应于收到基煤样每1%水分的气化热校正值（恒容），单位为焦耳每克（J/g）；

7 试验报告

试验结果报告应包含以下信息：

a) 试样编号；

b) 依据标准；

c) 使用的方法；

d) 试验结果；

e) 试验中出现的异常现象；

f) 试验日期。