

烟煤奥亚膨胀计试验

Audibert - Arnu dilatometer test
of bituminous coal

本标准规定了烟煤奥亚膨胀度的测定方法,适用于测定烟煤的膨胀性。

1 方法要点和术语

1.1 方法要点

将试验煤样按规定方法制成一定规格的煤笔,放在一根标准口径的管子(膨胀管)内,其上放置一根能在管内自由滑动的钢杆(膨胀杆)。将上述装置放在专用的电炉内,以规定的升温速度进行加热,记录膨胀杆的位移曲线。以位移曲线的最大距离占煤笔原始长度的百分数,表示煤样膨胀度(b)的大小。图1是一种典型的膨胀曲线。

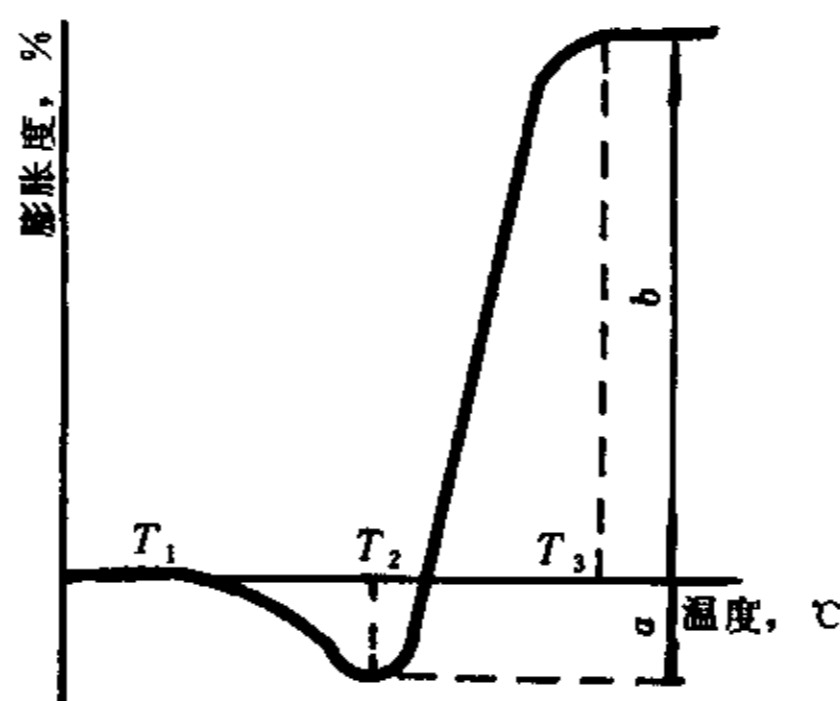


图 1

1.2 术语

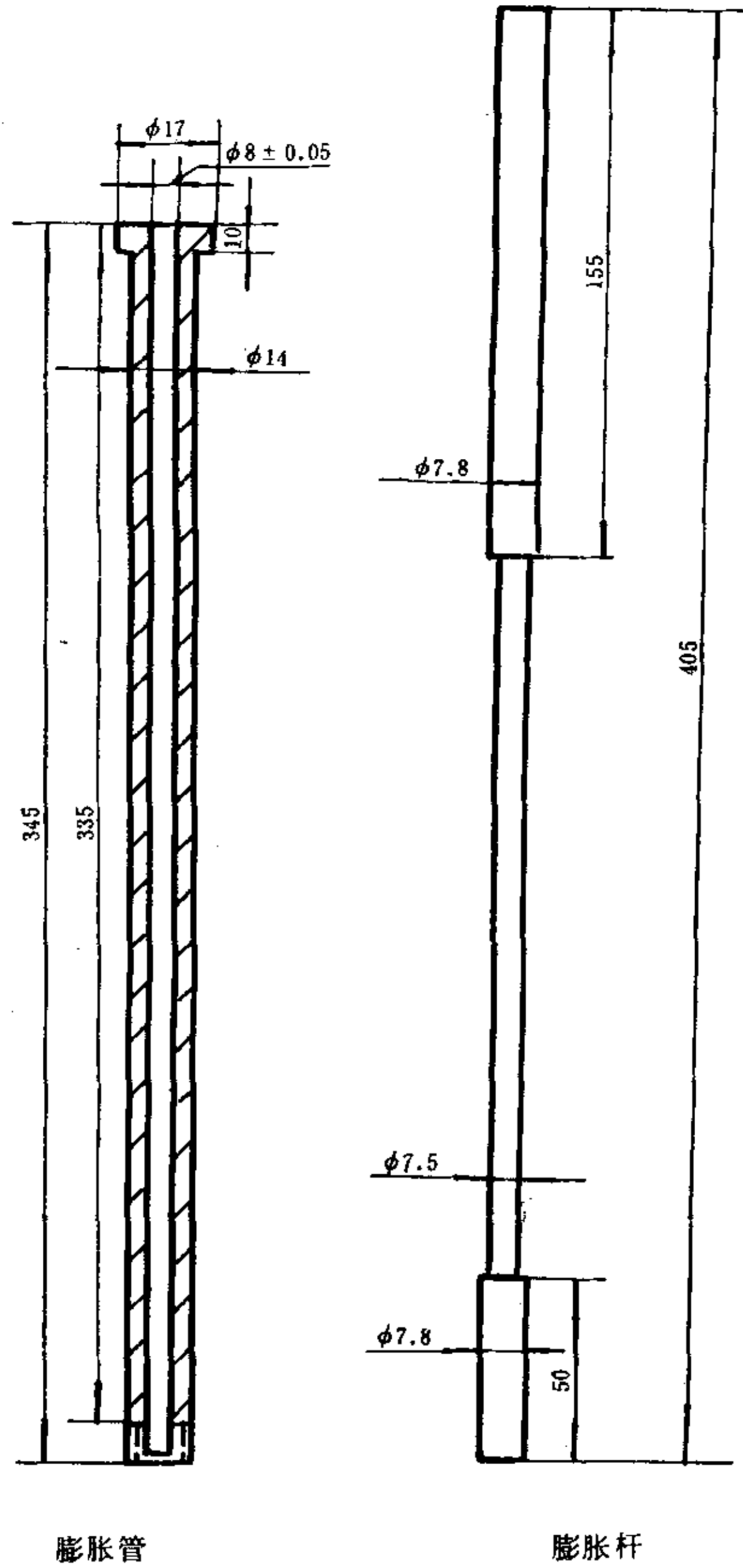
下面是本标准的专用术语:

- a. 软化温度 (T_1) —— 膨胀杆下降0.5 mm时的温度。
- b. 开始膨胀温度 (T_2) —— 膨胀杆下降到最低点后开始上升时的温度。
- c. 固化温度 (T_3) —— 膨胀杆停止移动时的温度。
- d. 最大收缩度 (a) —— 膨胀杆下降的最大距离占煤笔长度的百分数。
- e. 最大膨胀度 (b) —— 膨胀杆上升的最大距离占煤笔长度的百分数。

2 仪器设备

2.1 测试记录设备

a. 膨胀管及膨胀杆(如图2): 膨胀管由冷拔无缝不锈钢管加工而成,其底部带有不漏气的丝堵。膨胀杆是由不锈钢圆钢加工而成。膨胀杆和记录笔的总重量应调整到 150 ± 5 g。



重量 (连记录笔) 150 ± 5 克

图 2 膨胀管及膨胀杆

b. 电炉 (如图 3)：电炉由带有底座和顶蓄的外壳与一金属炉芯构成。炉芯由能耐氧化的铝青铜金属块制成，金属块上包以云母，再绕上电炉丝，炉丝外面再包以云母。金属块上钻有二个直径为 15 mm、深 350 mm 的圆孔用以插入膨胀管。另钻有一直径 8 mm、深 320 mm 的圆孔 (测温孔)，用以放置热电偶。炉芯与外壳之间充填保温材料。电炉的最大使用功率不应小于 1.5 kW，以能满足在 300 ~ 550°C 范围内的升温速度不低于 5 °C/min。电炉的使用温度为 0 ~ 600 °C。

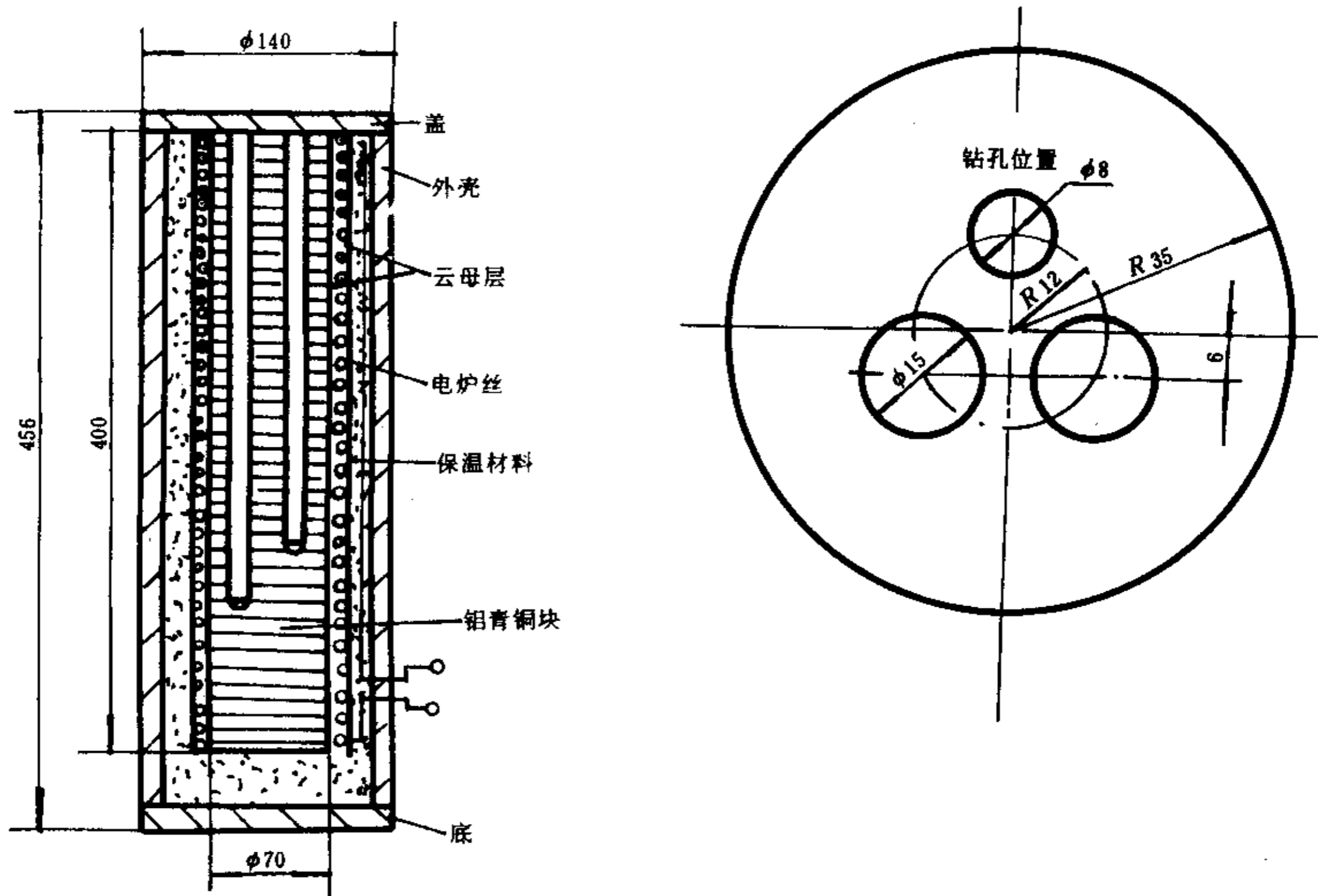


图 3 电炉

电炉丝的圈数 (自上至下) :

- 最初10 mm无炉丝
 - 后50 mm20圈
 - 后300 mm52圈
 - 后30 mm10圈
 - 最后10 mm无炉丝
- } 用直径0.9~1.0 mm的镍铬丝

电炉的温度场必须均匀。从膨胀管底部往上180 mm一段内平均温差应符合下列要求:

0 ~ 120 mm一段: $\pm 3^{\circ}\text{C}$;

120 ~ 180 mm一段: $\pm 5^{\circ}\text{C}$ 。

c. 双笔电子电位差计: 0.5级, 最小分度值不大于 5°C , 量程 0 ~ 600°C 。

d. 记录转筒: 周边速度应为每分钟 1 mm。

e. 调压器: 容量 3 kVA。

有条件最好采用合适的程序控温仪和自动记录装置, 以保证控温精度和测试精度。在升温速度每分钟 3°C 时, 控温精度应满足 5 min 内 $15 \pm 1^{\circ}\text{C}$ 的要求。

2.2 制备煤笔的设备

a. 成型模及其附件 (见图 4): 内部光滑, 带有附件。

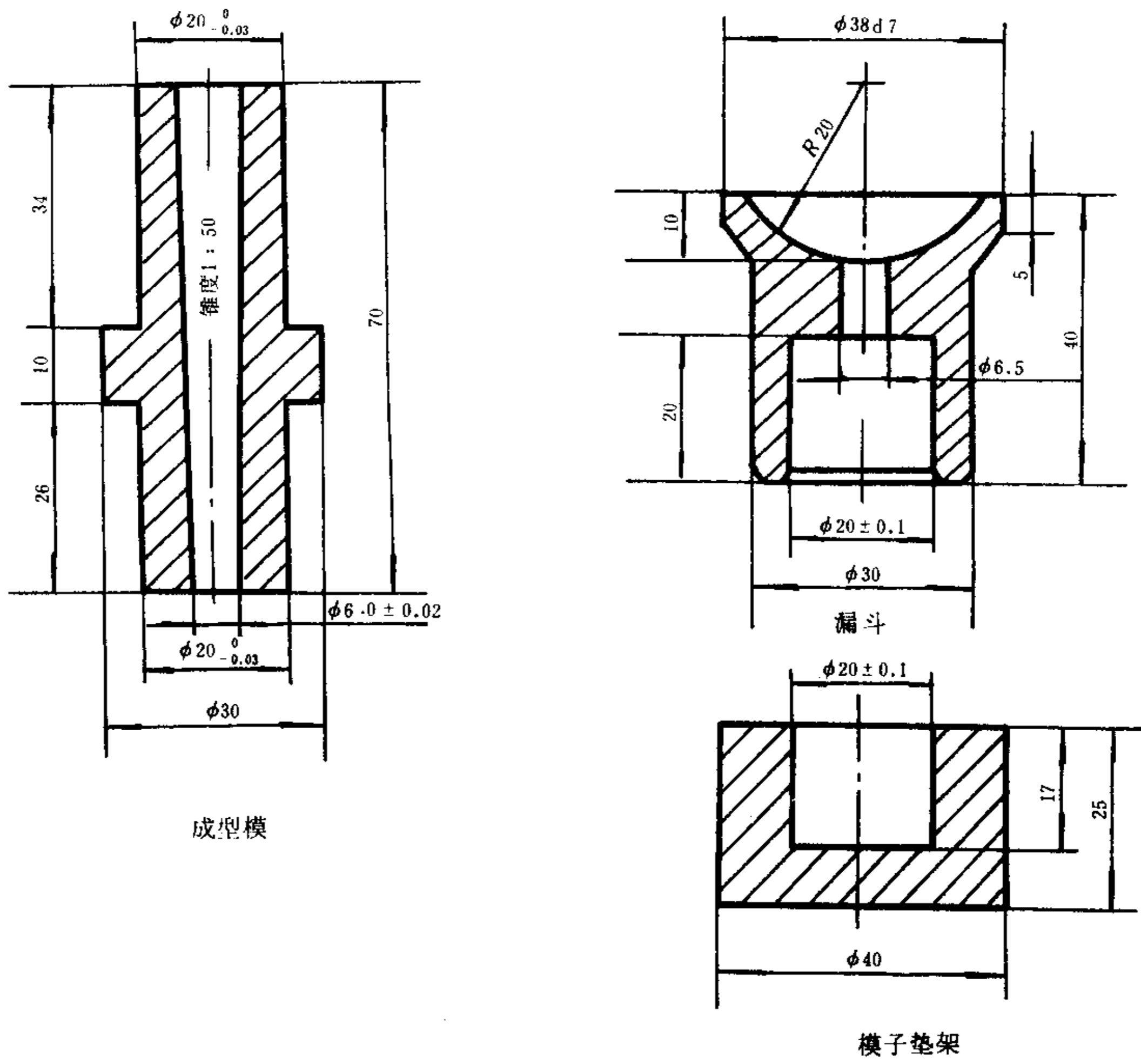


图 4 成型模及附件

b. 量规 (见图 5)：用以检查模子的尺寸。

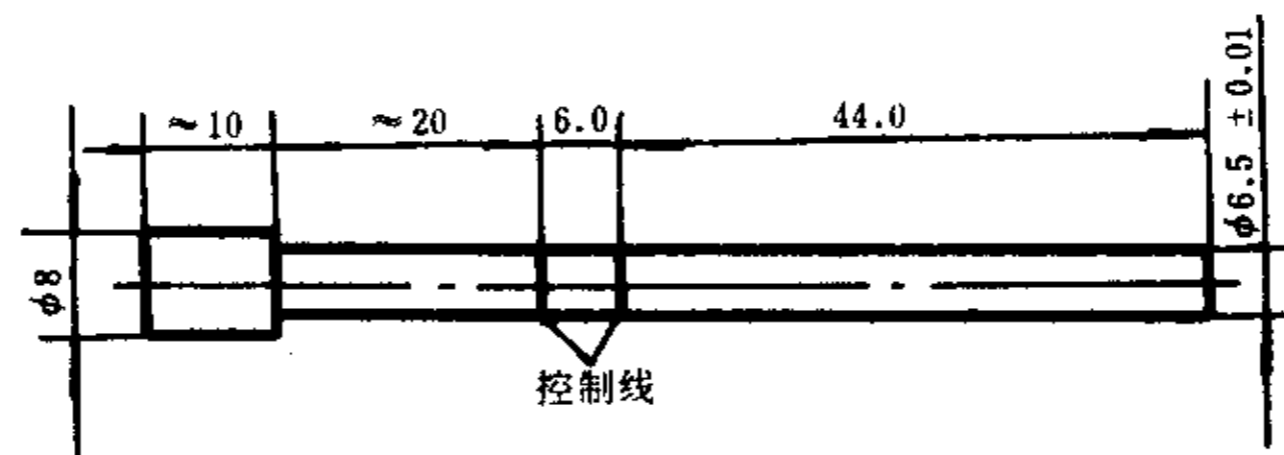


图 5 量规

c. 成型打击器及其附件 (见图 6)。

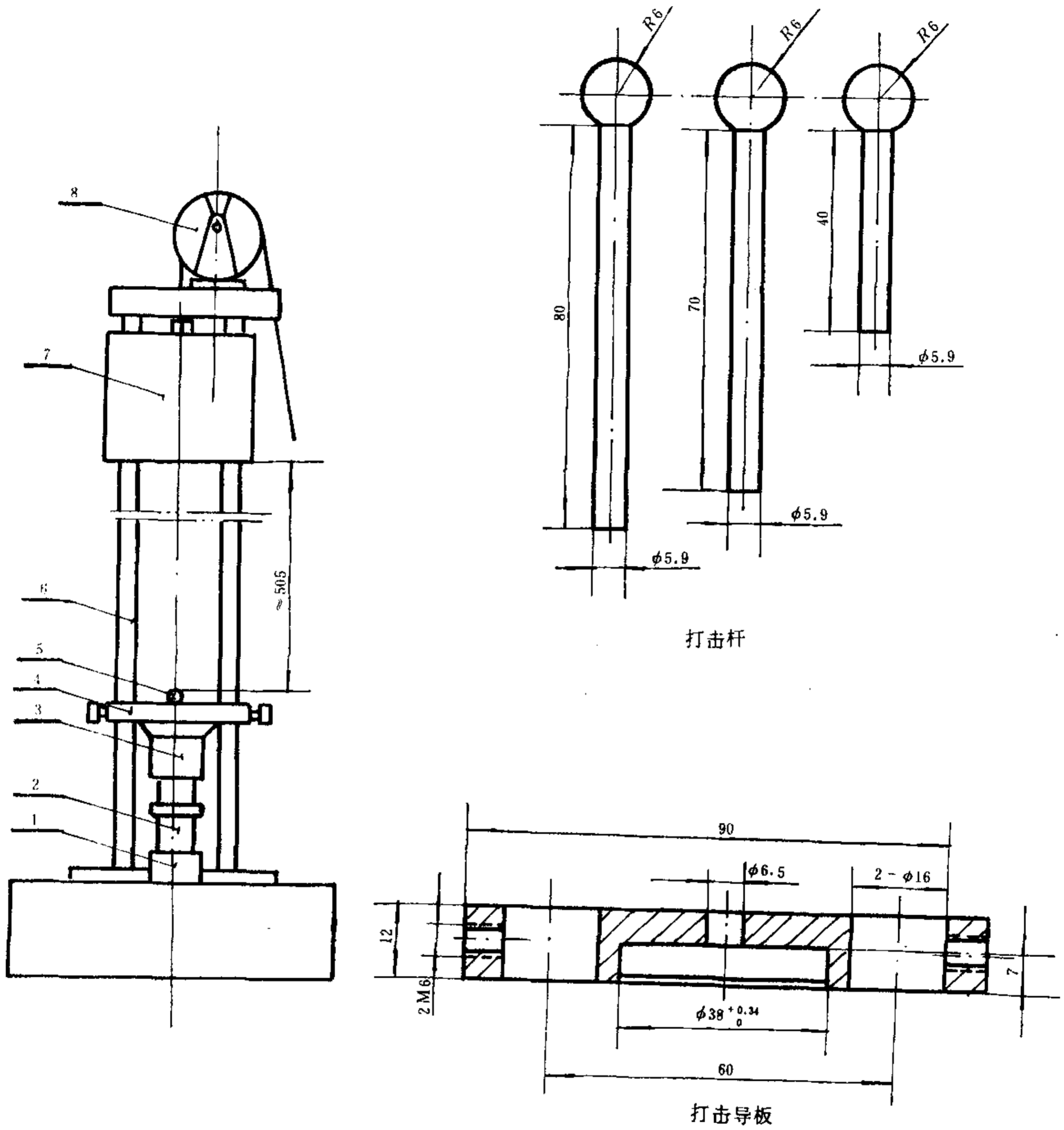


图 6 成型打击器及附件

1—模子垫；2—成型模；3—漏斗；4—打击导板；
5—打击杆；6—导柱；7—链块；8—滑轮

d. 脱模压力器及其附件（见图 7 和图 8）。

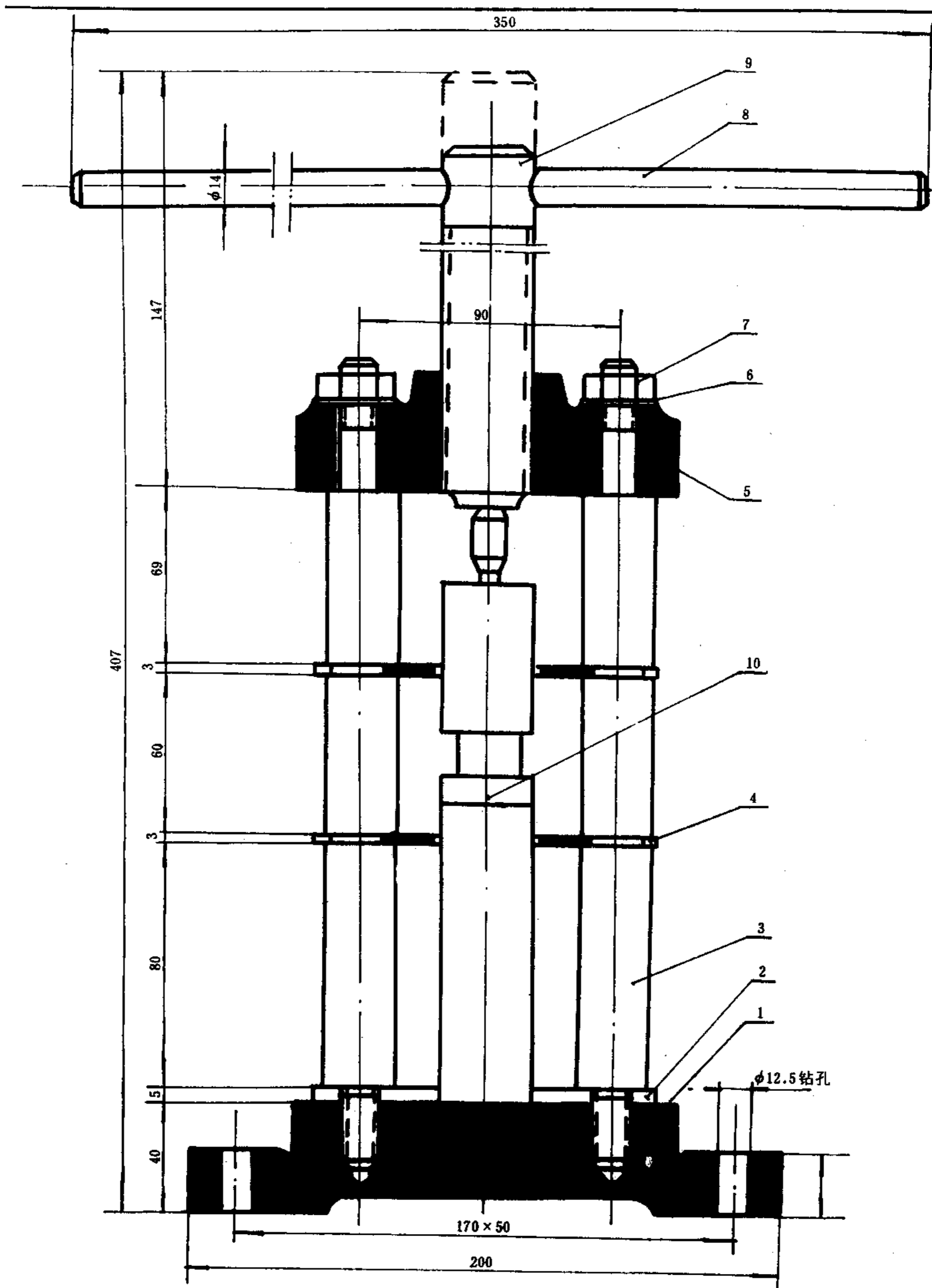


图 7 脱模压力器

1—底座；2—定位板；3—支柱；4—支承板；5—上盖；6—垫圈；
7—螺母；8—手柄；9—丝杆；10—煤笔脱模筒装配简图

- 注：① 这个设备是用 4 个 M12 的螺栓固定在操作台上使用的。
② 各个联结螺栓处必须拧紧，要牢固可靠才行。
③ 图位号 2 和图位号 5 的中心必须对准否则在脱模时有可能压坏脱模筒的某个零件。
④ 这个设备的占用空间，高 407 mm，长、宽 = 350 mm。

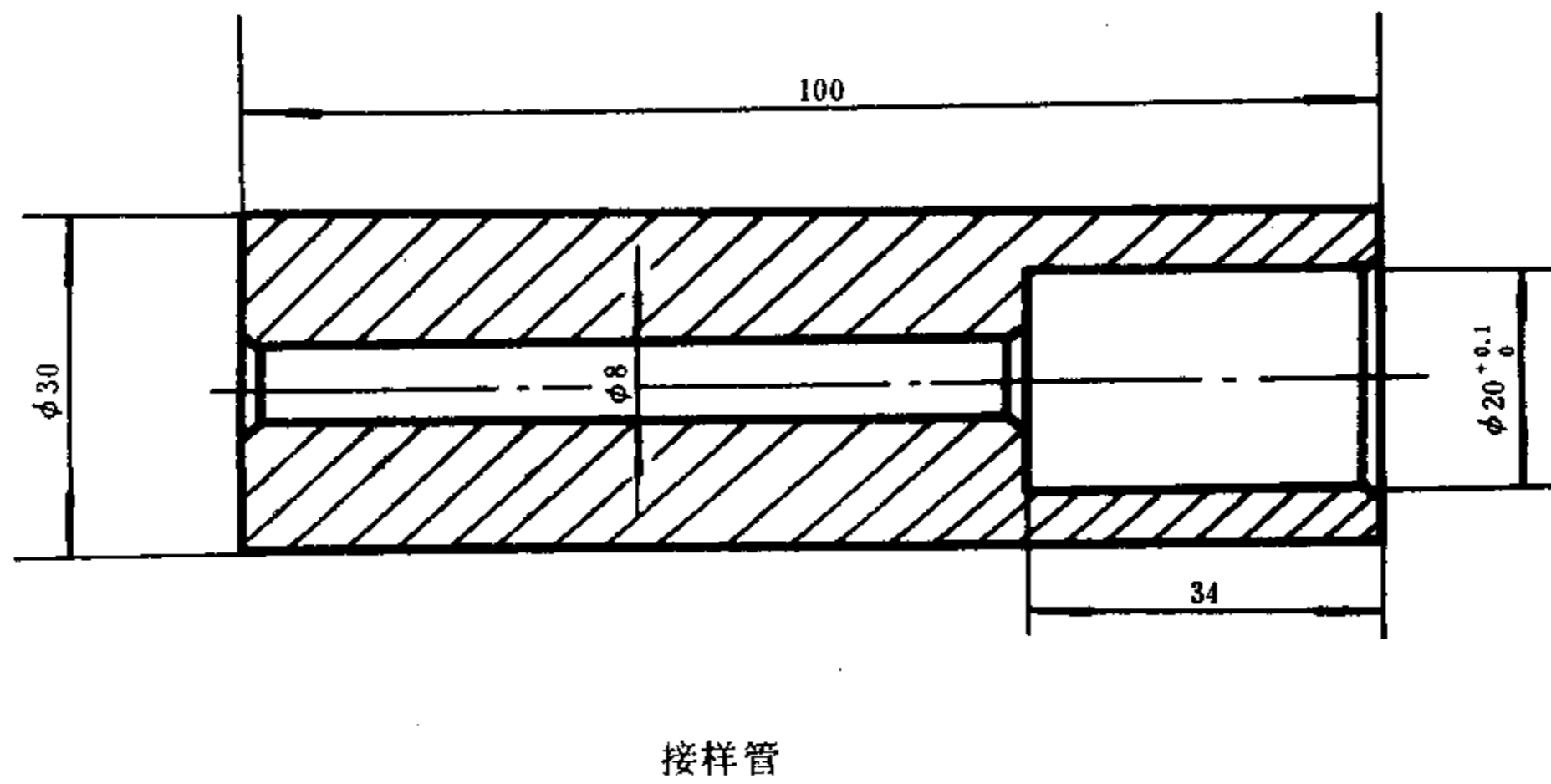
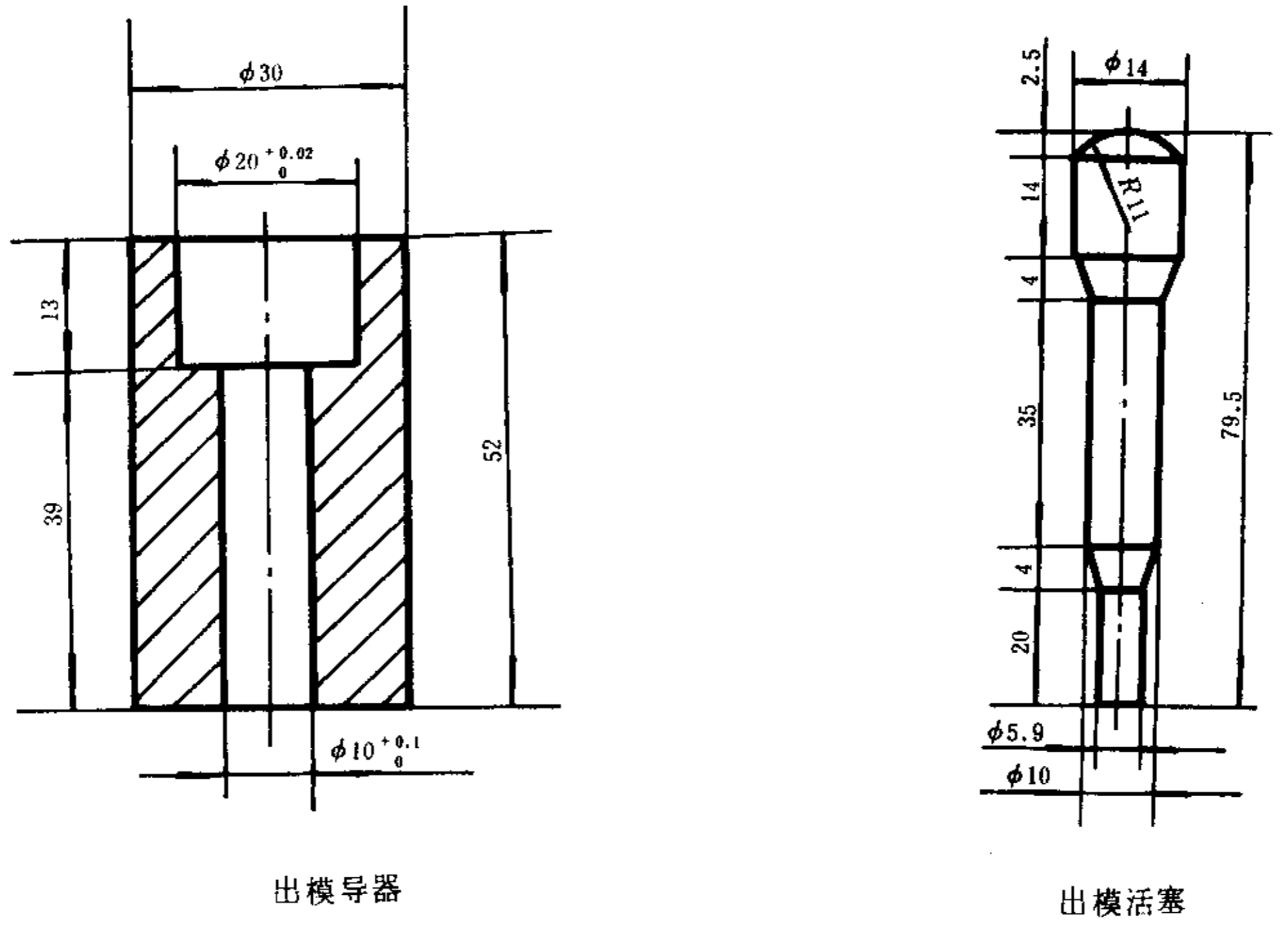


图 8 脱模压力器附件

e. 切样器 (见图9)。

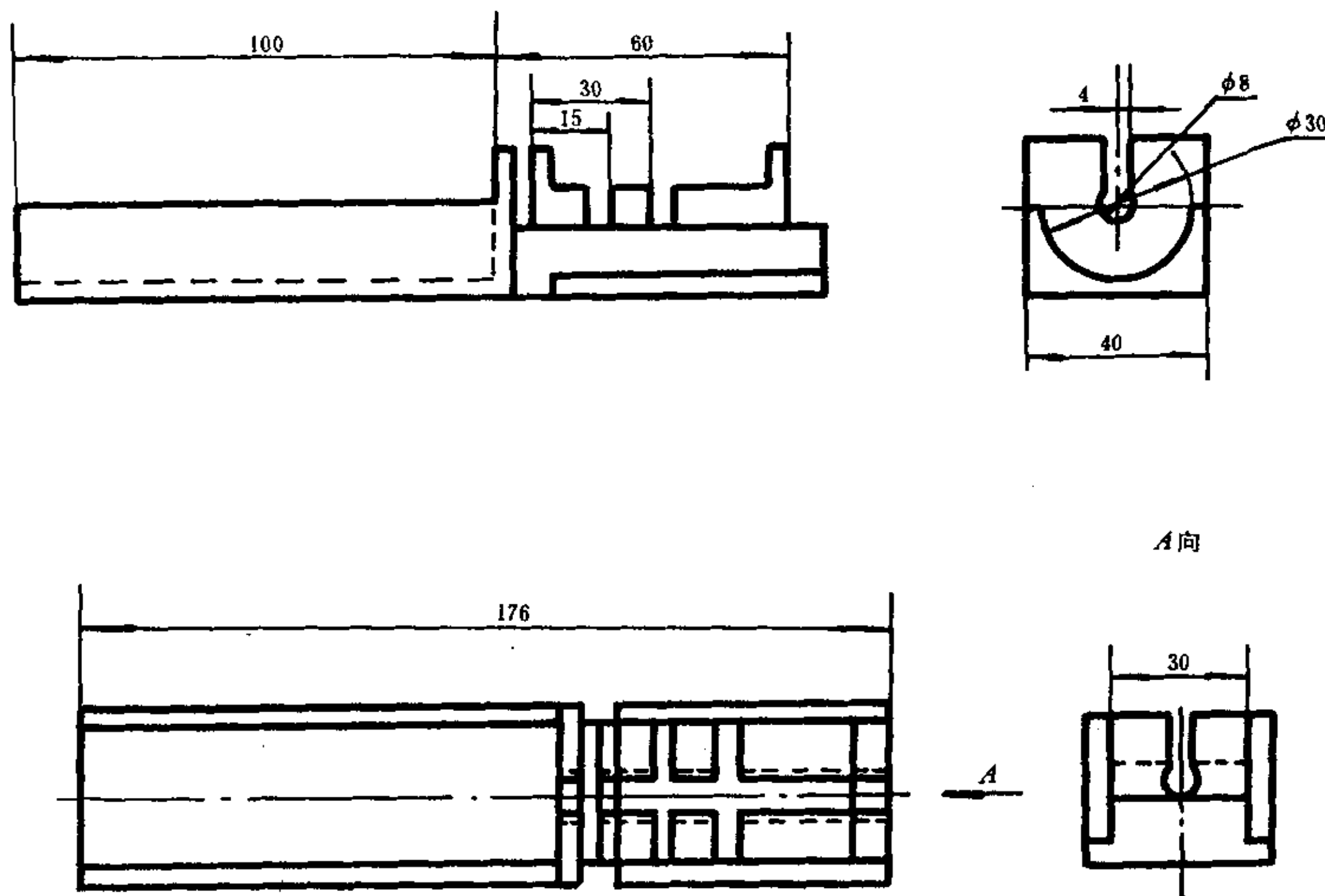


图9 切样器

2.3 辅助用具

a. 膨胀管净洁工具: 由直径约6 mm的金属杆、铜丝网刷和布拉刷组成。金属杆头部呈斧形,以利从膨胀管中挖出半焦。铜丝网刷由80目的铜丝网绕在直径6 mm的金属杆上,用以擦去粘附在管壁上的焦末。布拉刷由适量的纱布系一根金属丝构成。各净洁工具总长度不应小于400 mm。

b. 成型模净洁工具: 由试管刷和布拉刷组成。试管刷直径(连毛)20~25 mm,布拉刷由适量的纱布系上一根长约150 mm的金属丝构成。

c. 涂蜡棒。

d. 托盘天平: 最大称量500 g,感量0.5 g。

e. 酒精灯。

2.4 仪器的校正和检查

2.4.1 炉孔温度的校正

电炉上三个孔的温度在试验前要在试验所规定的升温速度下进行校正。膨胀管孔的热电偶之热接点与管底上部30 mm处的管壁接触,然后测量测温孔与膨胀管孔的温度差。根据差值对试验时读取的温度进行校正。

2.4.2 电炉温度场的检查

在电炉的测温孔及膨胀管孔中各置一热电偶,以5 °C/min的升温速度加热,在400~550 °C范围内,记录两热电偶的差值。每5 min记录一次。然后改变膨胀管孔中热电偶的位置。在膨胀管孔底部往上180 mm范围内,至少测定0、60、120、180 mm四点。计算各点温差平均值间的差值,看是否符合要求(见2.1 b.)。

2.4.3 成型模的检查

可用量规检查试验中所用模子的磨损情况,同样也可用于检查新的模子。如果将量规从被检查模

子的大口径一端插入，可以观察到：

- a. 有两条线时，则模子过小，应重新加工；
- b. 有一条线时，模子适合使用；
- c. 没有线时，则模子已磨损，应予以替换。

2.4.4 膨胀管的检查

将已做了100次测定后的膨胀管及膨胀杆，与一套新的膨胀管和膨胀杆所测得的四个煤样结果相比较。如果平均值大于3.5（不管正负号），则弃去旧管、旧杆（见附录A）。如果膨胀管、膨胀杆仍然适用，则以后每测定50次再重新检查。

3 试样的制备和贮存

3.1 将1.5mm的空气干燥煤样，破碎至通过0.16mm筛子。制备时应控制试样的粒度组成符合下列要求：

- | | |
|----------|---------|
| <0.20mm： | 100%； |
| <0.10mm： | 70~85%； |
| <0.06mm： | 55~70%。 |

煤粒过细或过粗都会影响测定结果。

3.2 由于膨胀度对煤的氧化敏感，试样必须妥为保存，要尽量减少与空气的接触，一般应装在带磨口的玻璃瓶中，且放在阴凉处。试验应在制样后三日内完成。若不能在三日内完成，试样应放在真空干燥器或氮气中贮存，且不得超过一周，否则作废，再用保存时间不超过一个月的粒度为1.5mm的煤样重新制备试验。

4 试验步骤

4.1 煤笔的制备

用布拉刷擦净成型模，并用涂蜡棒在成型模内壁上涂上一薄层蜡。称取制备好的试样4g，放在小蒸发皿内，用0.4ml水润滑试样，迅速混匀，并防止有气泡存在。然后将模子的小口径一端向下，放置在模子垫上，并将漏斗套在大头上。用牛角勺将试样顺着漏斗孔的边拨下，直到装满模子，将剩余的试样刮回皿中。将打击导板水平压在漏斗上，用打击杆沿垂直方向压实试样（防止试样外溅或卡住打击杆）。

然后将整套成型模放在打击器下，先用长打击杆打击四下，然后再加入试样再打击四下；依次使用长、中、短三种打击杆各二次（每次四下共二十四下）。

移开打击导板和漏斗，取下成型模，将出模导器套在相对应的模子小口径的一端，将接样管套在模子的另一端，再将出模活塞插入出模导器。然后将这整套装置置于脱模压力器中，用压力器将煤笔推入接样管中。当推出有困难时，须将出模活塞取出擦净。当无法将煤笔推出时，须用铝丝或铜丝将模子中煤样挖出，重新称取试样制备煤笔。

将装有煤笔的接样管放在切样器槽中，取下堵塞物，然后用打击杆将其中的煤笔轻轻地推入切样器的煤笔槽中，在切样器中部插入固定片使煤笔细的一端与其靠紧，用刀片将伸出煤笔槽部分的煤笔（即长度大于60mm的部分）切去。煤笔长度要调整到 60 ± 0.25 mm。

将制备好的煤笔从膨胀管的下端轻轻地推入膨胀管中（小头向上），再将膨胀杆慢慢插入膨胀管中。当试样的最大膨胀度超过300%时，改为半笔试验，即将60mm长的煤笔切掉大小两头各15mm，留下中间的30mm进行试验。

4.2 膨胀度的测定

将电炉预先升至一定温度，其预升温度根据试样挥发分大小可有所不同，如表1所示：

表 1

V' , %	预 升 温 度, °C
< 20	380
20 ~ 26	350
> 26	300

将装有煤笔的膨胀管放入电炉孔内,再将记录笔固定在膨胀杆的顶端,并使记录笔尖与转筒上的记录纸接触。调节电流使炉温在 7 min 内回复到入炉时温度。然后以 3 °C/min 的速度升温。必须严格控制升温速度,使每 5 min 的允许差为 ± 1 °C。在不超过 5 min 的一段时间内,操作者应及时调节电流,以避免误差的积累。每 5 min 记录一次温度。

待试样开始固化(膨胀杆停止移动)后,继续加热 5 min,然后停止加热。并立即将膨胀管和膨胀杆从炉中取出,分别垂直放在架子上(不要平放在地面上,以免膨胀管、膨胀杆变形)。

4.3 膨胀管和膨胀杆的净洁

4.3.1 膨胀管

卸去管底的丝堵,用斧形绞刀尽量除去管内的半焦,然后用铜丝网刷清除管内残留的半焦粉,再用布拉刷擦净,直到将管子对着光线看去,内壁光滑明亮无焦末时为止(要特别注意擦管子的两端)。当管子不易擦净时,可用粗苯或其他适当溶剂装满管子,浸泡数小时后再清擦。

4.3.2 膨胀杆

可用很细的砂纸,擦去粘附在膨胀杆上的焦油渣,并注意不要将其边缘的棱角磨圆。最后检查膨胀杆能否在膨胀管中自由滑动。

5 结果与允许差

5.1 结果的报出

根据记录曲线(见图10),算出下面五个基本参数:

- 软化温度 (T_1);
- 开始膨胀温度 (T_2);
- 固化温度 (T_3);
- 最大收缩度 (a);
- 最大膨胀度 (b)。

若收缩后膨胀杆回升的最大高度低于开始下降位置,则膨胀度按膨胀杆的最终位置与开始下降位置间的差值计算,但应以负值表示(见图10b);若收缩后膨胀杆没有回升,则最大膨胀度以“仅收缩”表示(见图10c);如果最终的收缩曲线不是完全水平的,而是缓慢向下倾斜(见图10d),规定以 500 °C 处的收缩值报出。

试验结果均取两次重复测定的算术平均值,计算结果取到小数第一位,报出结果取整数。

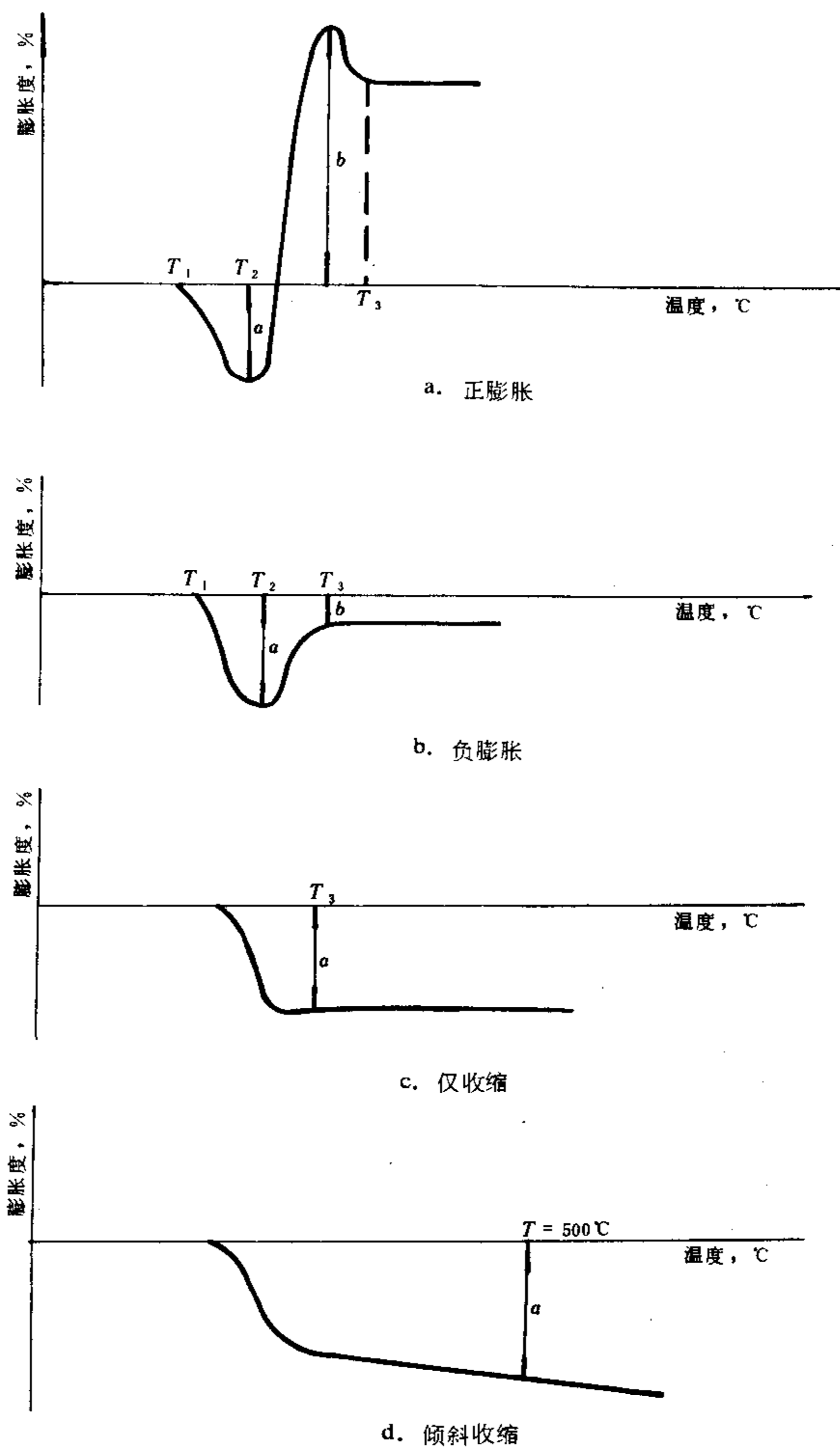


图 10 典型膨胀曲线

5.2 允许差

同一试样分别在不同炉次进行的两次测定结果之差，不得超过表 2 的规定。

表 2

参 数	同 一 实 验 室	不 同 实 验 室
三个特性温度 T , °C	7	15
膨胀度 b	$5 \left(1 + \frac{\bar{b}}{100} \right)$	$5 \left(2 + \frac{\bar{b}}{100} \right)$

注：表中 \bar{b} 是两次平行测定结果的平均值。

附 录 A
膨胀管和膨胀杆的检查
(补充件)

在一对膨胀管和膨胀杆进行100次测定以后,与一对新的膨胀管和膨胀杆,用四个煤样同时平行进行四次测定,所得结果按下列方法计算比值 X :

$$X = \frac{b_o - b_n}{1 + \frac{b_n}{100}}$$

式中: b_o ——用旧管旧杆测定的膨胀度, %;

b_n ——用新管新杆测定的膨胀度, %。

如果四个煤样的 X 值(考虑正负号)的平均值超过3.5(不管正负号),旧管、旧杆应更换。

例 1:

煤	b_o	b_n	$b_o - b_n$	X
A	100	113	-13	-6.1
B	13	17	-4	-3.4
C	61	59	2	1.3
D	45	55	-10	-6.4

X 平均值 = -3.6。

因此旧管应更换。

例 2:

煤	b_o	b_n	$b_o - b_n$	X
E	54	56	-2	-1.3
F	81	80	1	0.6
G	109	117	-8	-3.7
H	40	44	-4	-2.8

X 平均值 = -1.8。

因此旧管、旧杆还可以再作50次测定,然后再重新检查。

附加说明:

本标准由煤炭工业部煤炭科学研究院北京煤化学研究所提出,由北京煤化学研究所归口。

本标准由北京煤化学研究所和鞍山热能研究所负责起草。

本标准主要起草人安丰刚、于静莲。