



中华人民共和国国家标准

GB/T 25213—2010

煤的塑性测定 恒力矩吉氏塑性仪法

Determination of plastic properties of coal—Constant-torque Gieseler
plastometer method

2010-09-26 发布

2011-02-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

发布

前 言

本标准参照 ASTM D 2639:2004《煤的塑性测定 恒力矩吉氏塑性仪法》制定。本标准与 ASTM D 2639 的主要差异如下：

- 修改了 ASTM D 2639 中“塑性范围”的定义；
- 将 ASTM D 2639 规定“约 4 kg 粒度小于 4.75 mm 的煤为试验室煤样”改为“4 kg 粒度小于 6 mm 的试验室煤样”；
- 在塑性仪转矩标定中增加了力矩表和传感器测量法。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本标准起草单位：煤炭科学研究总院煤炭分析实验室。

本标准主要起草人：王丽华、孔令坡。

本标准为首次制定。

煤的塑性测定 恒力矩吉氏塑性仪法

1 范围

本标准规定了用恒力矩吉氏仪测定煤的塑性的术语和定义、方法提要、仪器设备、标定、试样、测定步骤、结果表达和方法精密度。

本标准适用于烟煤。

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 474 煤样的制备方法(GB 474—2008, ISO 18283:2006, Hard coal and coke—Manual sampling, MOD)

GB 475 商品煤样人工采取方法(GB 475—2008, ISO 18283:2006, Hard coal and coke—Manual sampling, MOD)

GB/T 19494.1 煤炭机械化采样 第1部分:采样方法(GB/T 19494.1—2004, ISO 13909-1:2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part 1:General introduction; ISO 13909-2:2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part 2: Coal—sampling from moving streams; ISO 13909-3:2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part 3:Coal—sampling from stationary lots, NEQ)

GB/T 19494.2 煤炭机械化采样 第2部分:煤样的制备(GB/T 19494.2—2004, ISO 13909-1:2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part 1:General introduction; ISO 13909-4:2001 Hard coal and coke—Mechanical sampling—Part 4:Coal—Preparation of test samples, NEQ)

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

每分钟刻度盘度 dial division per minute

搅拌桨转动速度的量度。用以表达流动度测定结果。

将搅拌桨每满转动 360°分为 100 刻度盘度,搅拌桨每分钟转动的总刻度盘度数即为其转动速度, dd/min。

3.2

初始软化温度 initial softening temperature

搅拌桨转速第一次达到 1 dd/min 且其后的转速至少为 1 dd/min 时的温度。

3.3

最大流动度温度 maximum fluidity temperature

搅拌桨转速达到最大时的温度。

3.4

最后流动温度 final fluidity temperature

搅拌桨转速最后达到 1 dd/min 时的温度。

3.5

固化温度 solidification temperature

搅拌桨停止转动时的温度。

3.6

塑性范围 plastic range

固化温度与初始软化温度之间的差值。

3.7

最大流动度 maximum fluidity

搅拌桨转速达到最大时的流动度,用 dd/min 表示。

4 方法提要

在一装有煤样的坩埚中插入一搅拌桨,坩埚浸入一浴槽,以均匀的速度升温,对搅拌桨施加一恒定旋转力矩,记录相应温度下的搅拌桨转动速度。

5 仪器设备

5.1 吉氏塑性仪甑

吉氏塑性仪甑由以下部件构成(见图1)。

5.1.1 甑坩埚

圆柱形,内径 (21.4 ± 0.1) mm,深 (35 ± 0.3) mm,外部有螺纹,用于与坩埚盖接合。坩埚底部中央有一直径 (2.38 ± 0.02) mm、坡口角度 70° 的凹槽,用于定位搅拌桨。

5.1.2 甑坩埚盖

内外有螺纹,内螺纹用于与甑坩埚接合,外螺纹用于与甑筒接合。中央有一直径为 (9.5 ± 0.1) mm的搅拌桨插入孔。

5.1.3 导向环

安装在靠近搅拌桨顶部处,以将搅拌桨定位在甑筒中并留有 $(0.05 \sim 0.10)$ mm间隙。

5.1.4 排气管

在甑筒中部,用于排出试验中产生的挥发物质。

5.1.5 甑筒

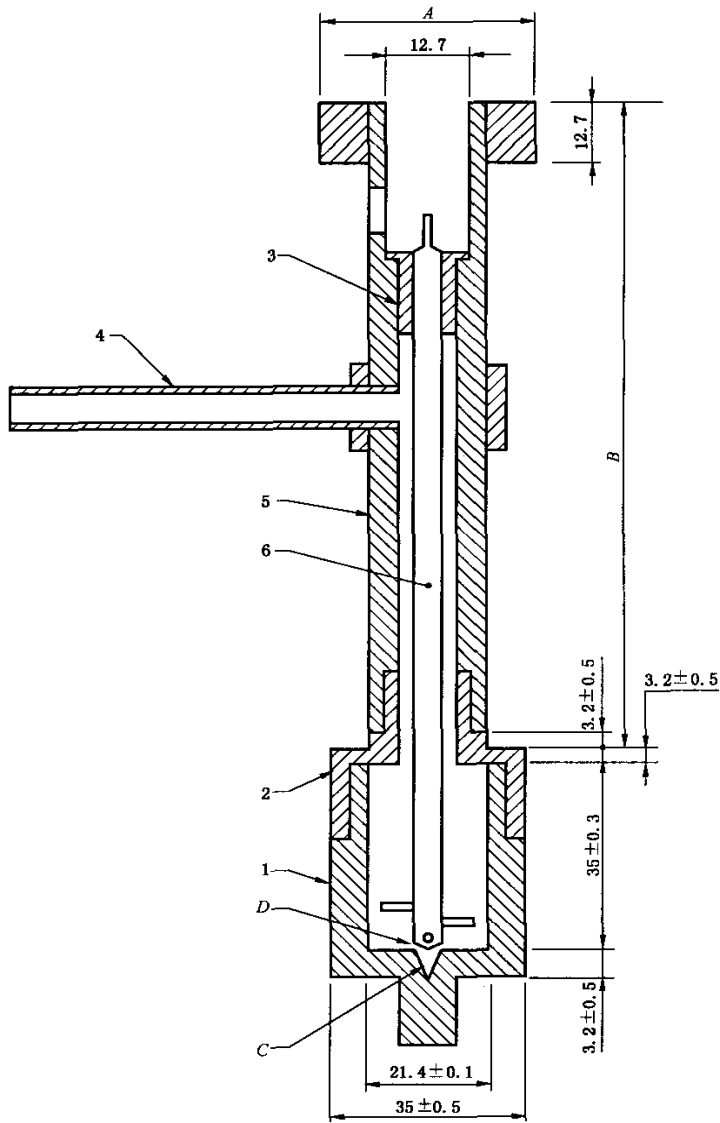
筒长 (121.0 ± 2.5) mm,内径 (9.5 ± 0.1) mm,筒的顶部内径12.7mm,长度以仪器组装后导向环可装配于内、搅拌桨轴可穿过导向环为准。

5.1.6 金属搅拌桨

一直径 (3.95 ± 0.05) mm的直轴上配有4个桨臂,搅拌桨末端成 60° 锥形。桨臂长 (6.40 ± 0.05) mm、直径 (1.60 ± 0.05) mm。4个桨臂沿搅拌桨轴周向成 90° 间隔排列,臂与轴垂直,上下相邻臂中心轴向间距为 (3.20 ± 0.05) mm。中间两臂成 180° 配置,其余两臂也成 180° 配置。搅拌桨放入坩埚中时,其最下面一个桨臂与坩埚底部间应有 (1.60 ± 0.05) mm的间隙。搅拌杆顶端应削细,以便插入塑性仪头轴下部槽口中(见图2)。

每次测试前应检查桨臂,确保其干净、不变形或无其他可见的损伤。尺寸应符合本条规定以及图2所示要求。应定期(如每使用50次后)检查这些尺寸,如经准确测量发现桨臂的任一尺寸超出规定限度,应更换桨臂或搅拌桨。

单位为毫米



- 1——坩埚；
 - 2——坩埚盖；
 - 3——导向环；
 - 4——排气管；
 - 5——氩筒；
 - 6——搅拌桨。
- A——直径与头连接器相应；
 B——足以进入浴槽 75 mm 的长度；
 C——70°倾角；
 D——下部桨臂与坩埚底部间隙 1.6 mm。

图 1 氩组件示意图

单位为毫米

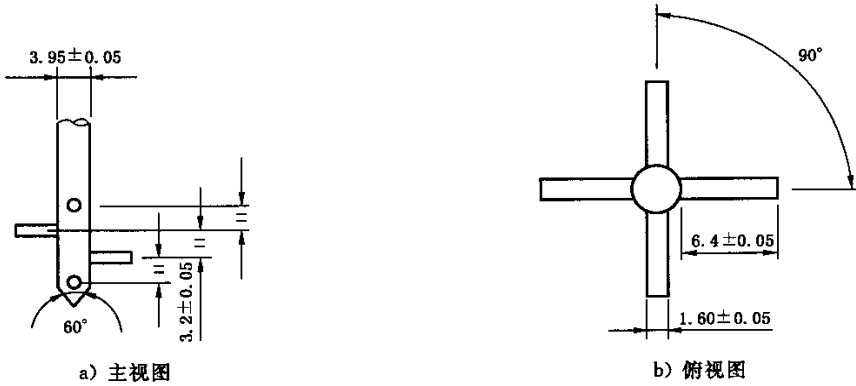
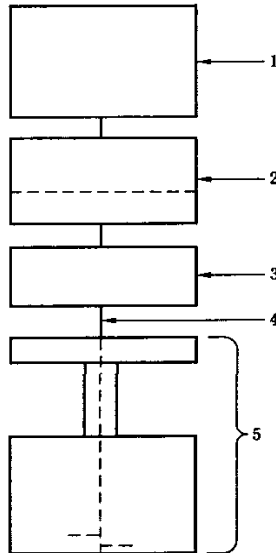


图 2 搅拌桨浆臂示意图

5.2 塑性仪头

图 3 为塑性仪头示意图。它由一固定速度(约 300 r/min 至 600 r/min)的电机和一与之直接相接的电磁离合器或磁滞制动器构成。后者可将力矩值调节至 $(101.6 \pm 5.1) \text{g} \cdot \text{cm}$ [$(9.96 \times 10^{-3} \pm 0.5 \times 10^{-3}) \text{N} \cdot \text{m}$]。制动器输出轴上有一带刻度的转鼓,将 360° 平分为 100 分度刻度。转鼓每转一周(或 100 分度)由计数器记录下来。另一种方式是在离合器或制动器输出轴上接一可在 0.01 r/min~300 r/min 至 600 r/min 范围内测量转速的电子装置,将转速直接转换为 dd/min,并将其显示或记录在电子读数装置或打印机上。

塑性仪头中的所有轴承应经常进行维护和润滑,尤其是仪器测定高挥发分煤之后。应尽可能使用开放滚道轴承,并定期进行例行清洗和更换。



- 1——电机;
- 2——离合器或制动器;
- 3——刻度转鼓或传感器;
- 4——轴;
- 5——甬组件(见图 1)。

图 3 塑性仪头示意图

5.3 电炉

一自动控制的电加热炉(见图4),平均加热速度为 $(3.0 \pm 0.1)^\circ\text{C}/\text{min}$ 。在 $(300 \sim 550)^\circ\text{C}$ 的温度区间内,任一给定时刻的加热速度不应超过 $(3.0 \pm 1.0)^\circ\text{C}/\text{min}$,任一给定5 min的温升为 $(15 \pm 1)^\circ\text{C}$ 。炉内有铅锡各占50%的熔融焊料浴,焊料浴温度由一带保护套管(外径约6 mm)的热电偶测定。保护套管插入焊料浴至触及坩埚外壁、其热接点与坩埚中煤样中心高度一致。焊料浴需用搅拌器搅拌。

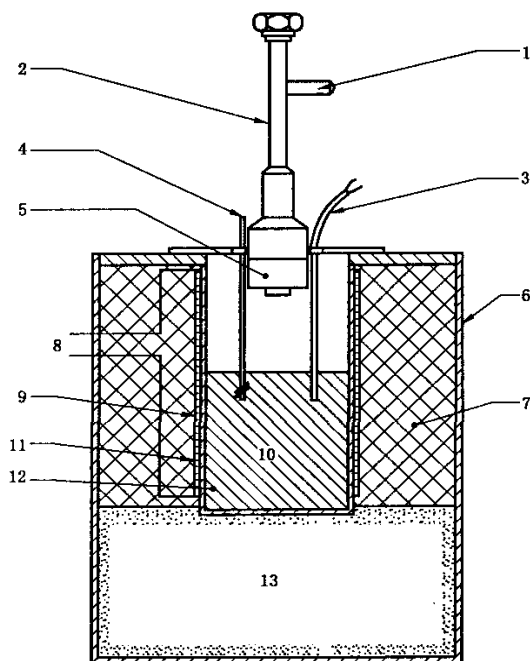
5.4 装样装置

装样装置可使煤在10 kg总负荷下均匀地装在坩埚中,而且加压后带样坩埚可容易地从中取出而不使煤样扰乱。图5为一典型的装样装置。其静荷为9 kg,动荷为1 kg,压煤时,后者从115 mm高度自由落下12次。

注:9 kg静荷为支撑架、装样头、落锤杆和静压块的总质量。

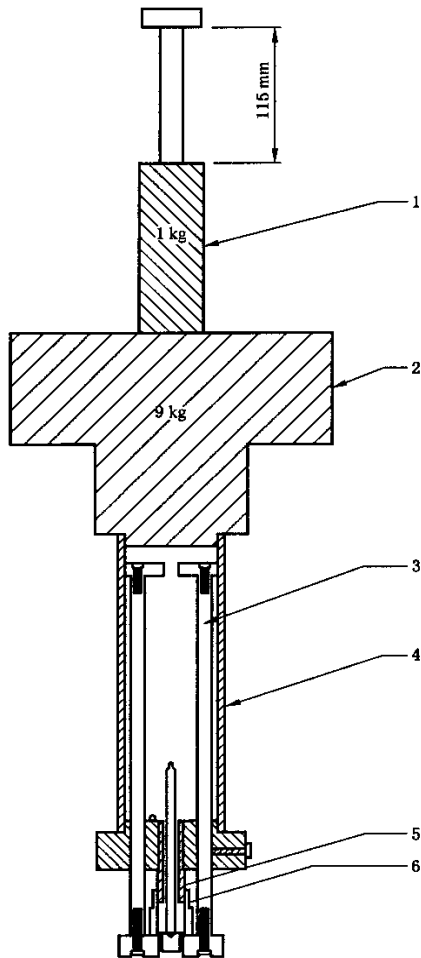
5.5 天平

感量0.01 g。



- 1——排气管;
- 2——坩埚筒;
- 3——带套热电偶;
- 4——焊料浴搅拌器;
- 5——坩埚;
- 6——炉壳;
- 7——绝热层;
- 8——加热控制器接线引出端;
- 9——加热线圈;
- 10——焊料浴;
- 11——云母绝缘层;
- 12——低碳(软)钢浴槽;
- 13——耐火块。

图4 煤坩和加热炉示意图



- 1——动荷(1 kg);
- 2——静荷(9 kg);
- 3——滑杆;
- 4——支撑架;
- 5——与坩埚壁相配合(间隙0.5 mm)的装样头;
- 6——装有煤样和搅拌桨的坩埚。

图 5 典型装样装置示意图

6 标定

塑性仪转矩用图 6 所示的绳和滑轮组合装置来校验。一个滑轮拧在吉氏塑性仪头的轴上,一附在此滑轮的绳子搭在另一个垂直放置的滑轮上,绳端挂一质量符合要求的重荷。滑轮半径为 25.4 mm,重荷质量为 40 g。当塑性仪电机启动时,制动器或离合器悬置,力矩表或传感器的读数为 (101.6 ± 5.1) g·cm。所有的仪器都应定期用这种方法、在恒定的转矩设置下进行校验。

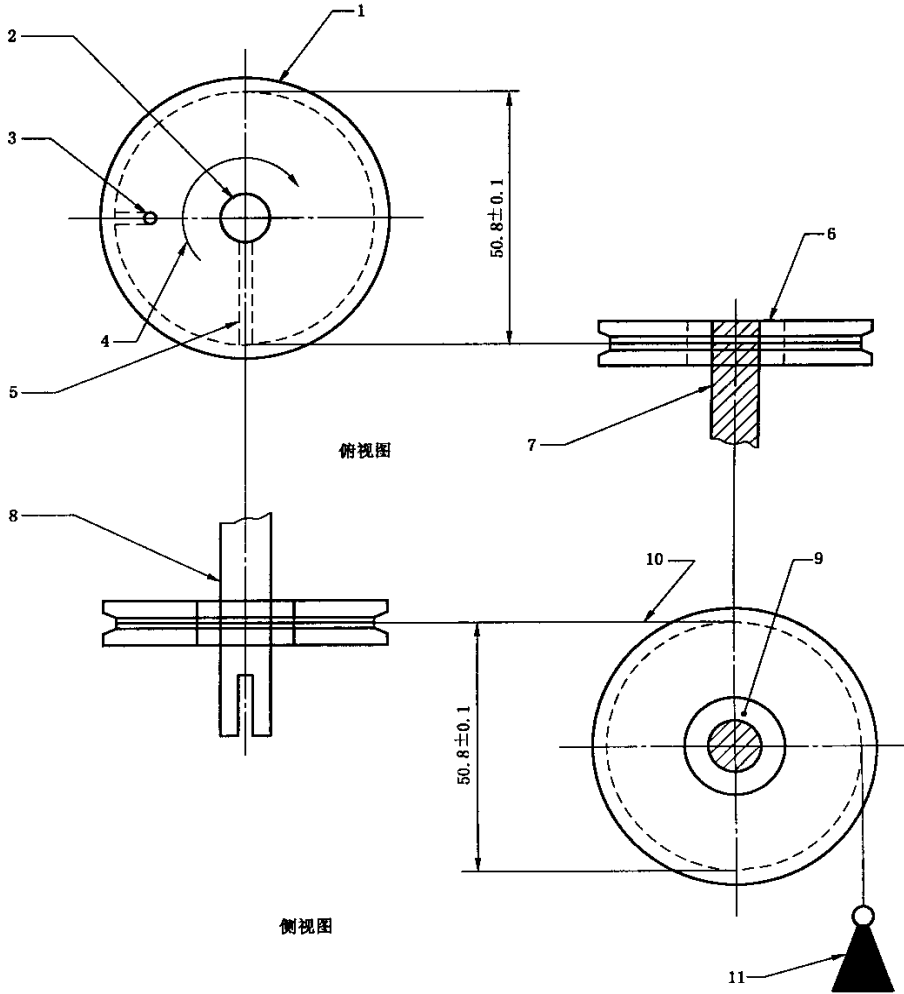
开动电机,如果旋转轴转动一满转能提起 (38.0 ± 0.1) g,但提不起 (42.0 ± 0.1) g 重荷,则转矩符合要求。

转矩也可用恰当的力矩表或传感器来检查。此时,建议至少要从两个互成 90° 的位置上来校验施

加在轴上的力矩,以检查驱动轴是否准直和轴承转动是否正确。如果力矩值不同,则说明仪器有问题,需要修理,否则得不到可靠的流动度测定值。

注:滑轮/重荷组合装置校准法是唯一能可靠地测定旋转一周(360°)的力矩的方法。

单位为毫米



- 1——主动滑轮;
- 2——与带槽轴相配合的中心孔;
- 3——滑轮线连接点;
- 4——转动方向;
- 5——定位螺丝;
- 6——传动滑轮(铝);
- 7——传动滑轮支撑杆;
- 8——带槽轴;
- 9——密封低摩擦轴承;
- 10——3 kg 测试单丝滑轮线;
- 11——重荷。

图 6 标定力矩的滑轮装置示意图

7 试样

试样按 GB/T 19494.1 或按 GB 475 采取,按 GB/T 19494.2 或 GB 474 制备出 4 kg 粒度小于 6 mm 的试验室煤样。将煤样在盘中摊开成薄层,于不超过 40 °C 温度下干燥,使之与试验室大气达到平衡。达到平衡后,不再继续进行干燥,以确保煤样的塑性不因氧化而改变。干燥后,将煤样缩分出 500 g。将 500 g 煤样分成 4 份,取其一一份用逐级破碎方法破碎到通过 0.425 mm 筛子。破碎时要最大限度地减少粉煤产率。所得试样中粒度小于 0.2 mm 细粉应少于最后试样的 50%。

充分混合煤样,最好用机械法混匀,用多点取样法从不同部位,取出 5 g 试样,在样品制备后 8 小时内完成重复测定。尽量避免拖延,以免煤样变质或氧化而对塑性产生显著影响。煤样应冷藏或保存于惰性气氛中,以降低煤样的氧化程度。

8 测定步骤

8.1 将电磁离合器或磁滞制动器调节到 $101.6 \text{ g} \cdot \text{cm} \pm 5.1 \text{ g} \cdot \text{cm}$ 。

8.2 将图 5 所示的装样装置的 9 kg 静荷取下,提起动荷,将已插入搅拌桨的坩埚置入装样装置。在坩埚中加入 5.0 g 煤样。装样时用手指小心地转动搅拌桨,使煤样填入桨臂下空隙中。放下静荷与动荷,并确保全部重荷都传递到煤样上。使 1 kg 的动荷从 115 mm 高处自由落下 12 次,将煤样压实。

注:对于难压实的煤样,可在压实前在靠近煤样表面的搅拌桨轴上加(1~3)滴甲苯或润滑油,非常干的煤样可在装样前加几滴水并充分混和。

8.3 从装样装置中取出坩埚,拧上坩埚盖,此时要特别小心不要改变搅拌桨在煤样中的状态。将坩埚和搅拌桨旋入甌中,并使搅拌桨位于导向环中央位置。将甌旋入吉氏塑性仪头,并确保搅拌桨顶部进入轴末端的槽口中。为防止卡住,应确保搅拌桨顶部和槽顶部之间有 1 mm 间隙。

8.4 将装好的煤甌降下至坩埚底部进入温度为 300 °C 的熔融焊料浴中 75 mm 深度处,按 5.3 所述将热电偶插入浴槽中。控制加热速度,使甌体进入后 $(10 \pm 2) \text{ min}$ 内浴槽回到初始温度,此后整个过程中控制加热速度为 $(3.0 \pm 0.1) \text{ }^\circ\text{C}/\text{min}$ 。当转鼓转速或电子传感器读数达到 1.0 dd/min 时,以 1 min 间隔读取温度和转动度数,直到转鼓不再转动。

注:经验表明,要想获得能真实表征煤相对塑性的流动度值,需对力矩进行正确调节。有些煤尤其是坩埚膨胀序数高的煤在甌管内膨胀,使搅拌桨“挤住”或速度变慢使流动度结果偏低,这对流动度测值高于 5 000 dd/min 的煤会比较明显。

9 试验器具清理

9.1 每次试验结束后,清理搅拌桨和坩埚上的所有残炭。

9.2 除去排气管内的残留物,使之保持原有的内径。

9.3 每 100 次试验后,清洗滚珠轴承并上少许油或更换轴承。

9.4 每 100 次试验后,检查热电偶套管是否损坏。

10 结果计算和表述

10.1 将计数器和转动读数,换算成相应的转鼓转速(每分钟刻度盘度)。烟煤流动范围宽,为此可以每分钟刻度盘度的对数值为纵坐标,温度的算术值为横坐标作图表示。

10.2 每一煤样做两次重复测定,以平均值报出。

10.3 报告包括以下内容:

- a) 特征温度即初始软化温度、最大流动温度、最后流动温度、固化温度和塑性范围,修约到 1 °C 报出;
- b) 最大流动度(dd/min)按以下规定修约后报出:

- 1) 0 至 50 修约到 1;
- 2) 50 至 100 修约到 10;
- 3) 100 至 1 000 修约到 50;
- 4) 1 000 至 10 000 修约到 100;
- 5) 10 000 以上修约到 1 000。

c) 最大流动度也可用以 10 为底的对数值表示,修约到小数后 2 位报出。

11 方法精密度

对同一试样所做的 2 次重复测定结果,相差不得超过表 1 规定。

如果第一对重复测定的差值大于表 1 规定的重复性限值,则进行第二对重复测定。如果第二对重复测定的差值满足表 1 的规定,则取第二对重复测定的平均值,否则取四次测定的平均值作为报告值。

表 1 恒力矩吉氏塑性仪法测定煤的塑性精密度

特性指标		重复性限
最大流动度/dd/min	<10	—
	10~100	30%(相对)
	100~1 000	25%(相对)
	>1 000	20%(相对)
特征温度/℃	初始软化温度	8
	最大流动度温度	8
	固化温度	8

12 试验报告

试验报告至少应包括以下信息:

- a) 样品编号;
- b) 依据标准;
- c) 使用的方法;
- d) 试验结果;
- e) 与标准的任何偏离;
- f) 试验中出现的异常现象;
- g) 试验日期。