ICS 73.040
D 21

中华人民共和国国家标准

GB/T 5450—2014
代替 GB/T 5450—1997

烟煤奥阿膨胀计试验

Audibert-Arnu dilatometer test of bituminous coal

(ISO 349:1975,Hard Coal-Audibert-Arnu dilatometer test,MOD)

2014-06-09 发布　　2014-10-01 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

目　次

前言 …… Ⅲ
1　范围 …… 1
2　规范性引用文件 …… 1
3　术语和定义 …… 1
4　方法提要 …… 2
5　仪器设备 …… 2
6　试样制备与贮存 …… 9
7　仪器校正和检查 …… 10
8　试验步骤 …… 10
9　结果表述 …… 11
10　方法精密度 …… 13
11　试验报告 …… 13
附录A（资料性附录）　本标准与ISO 349:1975章条编号对照表 …… 14
附录B（资料性附录）　本标准与ISO 349:1975技术性差异及其原因 …… 15
附录C（规范性附录）　膨胀管和膨胀杆检查 …… 16

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 5450—1997《烟煤奥阿膨胀计试验》。本标准与 GB/T 5450—1997 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

——删除原标准中电炉丝的圈数说明(见 1997 版 4.1.2)；

——修改调杆收缩为倾斜收缩(见 9.1，1997 版第 7 章)；

——规定倾斜收缩中如果开始膨胀温度大于 500 ℃，开始膨胀温度报出 500 ℃(见 8.1)。

本标准使用重新起草法修改采用 ISO 349:1975《硬煤　奥阿膨胀计试验》。

本标准与 ISO 349:1975 相比在结构上做了调整，附录 A 中列出了本标准与 ISO 349:1975 的章条编号对照一览表。

本标准与 ISO 349:1975 相比存在技术性差异，这些差异涉及的条款已通过在其外侧页边空白位置的垂直单线(|)进行了标示，附录 B 中给出了相应技术性差异及其原因的一览表。

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：煤炭科学研究总院检测研究分院。

本标准主要起草人：陈宝华、李宏图、邢秀云。

GB/T 5450—1997 的历次版本发布情况为：

——GB/T 5450—1985。

烟煤奥阿膨胀计试验

1 范围

本标准规定了烟煤奥阿膨胀计试验的术语和定义、方法提要、试剂和材料、仪器设备、试样、试验步骤、结果表述以及方法精密度等。

本标准适用于烟煤。

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 474 煤样的制备方法

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

软化温度 softening temperature

T_1

膨胀杆下降 0.5 mm 时的温度。

3.2

开始膨胀温度 temperature of maximum contraction

T_2

膨胀杆下降到最低点后开始上升时的温度。

3.3

固化温度 solidification temperature

T_3

膨胀杆停止移动时的温度。

3.4

最大收缩度 maximum contraction of length of pencil

a

膨胀杆下降的最大距离占煤笔长度的百分比。

3.5

最大膨胀度 maximum dilatation of length of pencil

b

膨胀杆上升的最大距离占煤笔长度的百分比。

4 方法提要

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，以规定的升温速度加热，记录膨胀杆的位移曲线。根据位移曲线得出最大膨胀度(b)、最大收缩度(a)。图 1 为一种典型的膨胀曲线。

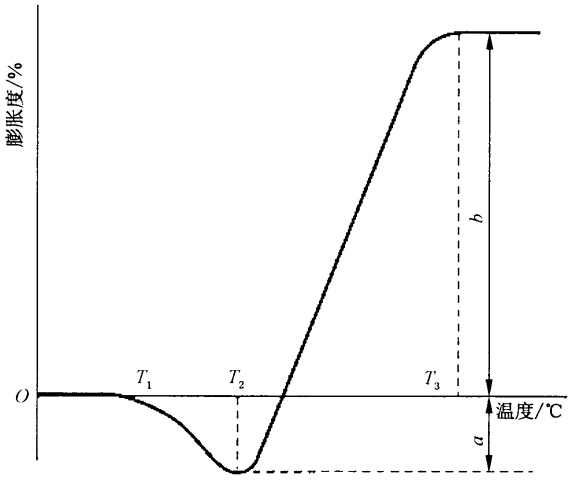


图 1 烟煤典型的膨胀曲线

5 仪器设备

5.1 奥阿膨胀计

5.1.1 主要组成

奥阿膨胀计主要由膨胀管和膨胀杆、电炉、程序控温仪、记录装置组成。

5.1.2 膨胀管及膨胀杆(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质量应控制到(150±5)g。

5.1.3 电炉(图 3)

电炉由带有底座、顶盖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，在金属块上包以云母，再绕上直径为 0.9 mm～1.0 mm 的镍铬电炉丝，炉丝外面再包以云母。金属块上有两个直径 15 mm、深 350 mm 的圆孔，用以插入膨胀管。另有直径 8 mm、深 320 mm 的圆孔，用以放置热电偶。炉芯与外壳之间充填保温材料。

电炉的使用功率应不小于 1.5 kW，以满足试验使用温度 0 ℃～600 ℃的要求。电炉的温度场应均匀，从膨胀管底部往上 180 mm 长度范围内平均温差应符合：0 mm～120 mm 长度范围温度变化在±3 ℃之内，120 mm～180 mm 长度范围温度变化在±5 ℃之内。

5.1.4 程序控温仪

在 300 ℃～550 ℃范围内升温速率为 3 ℃/min，控温精度应满足 5 min 内温升(15±1)℃要求。

5.1.5 记录装置

记录装置能够及时记录炉温与时间、膨胀杆位置的关系。记录装置可以为转筒记录或自动记录装置，记录转筒外圆线速度应为 1 mm/min。

单位为毫米

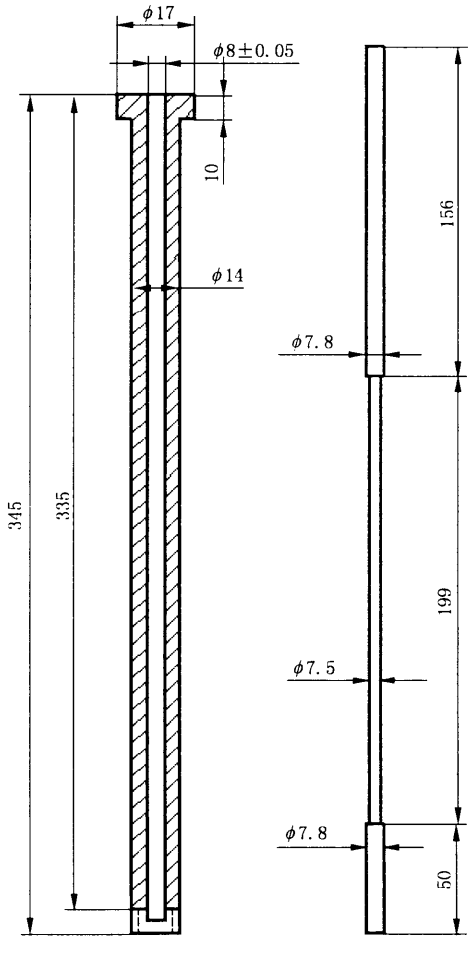
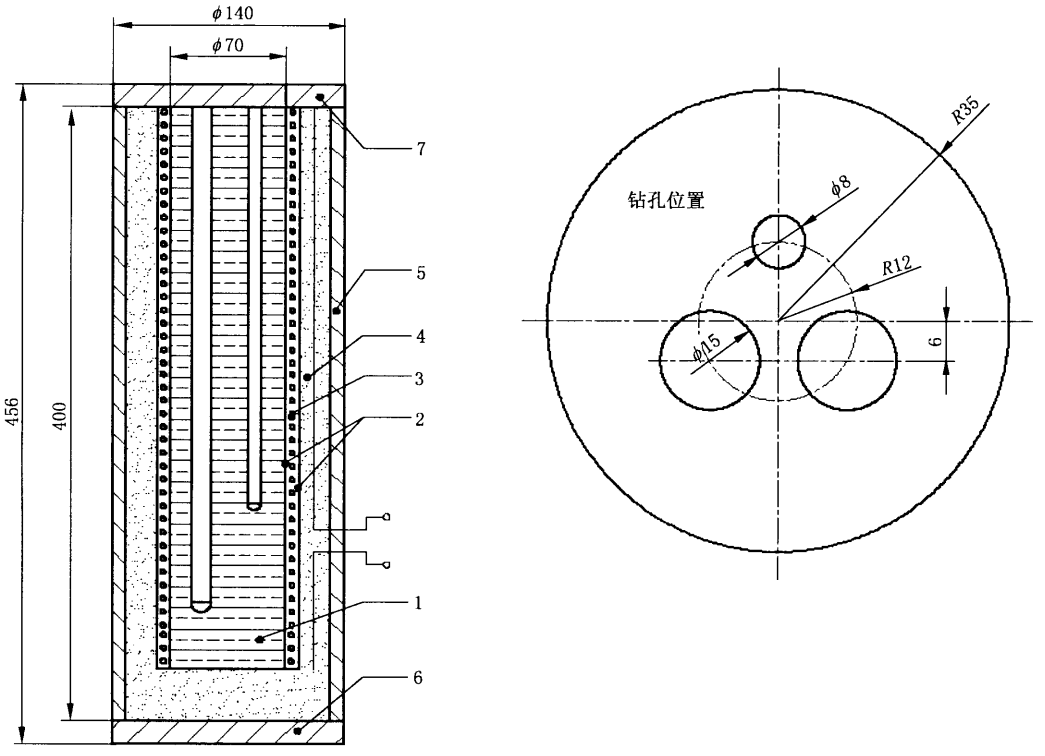


图 2 膨胀管及膨胀杆

单位为毫米



说明：

1——铝青铜块；

2——云母层；

3——电炉丝；

4——保温材料；

5——外壳；

6——电炉底座；

7——电炉顶盖。

图 3　电炉

5.2　煤笔制备设备

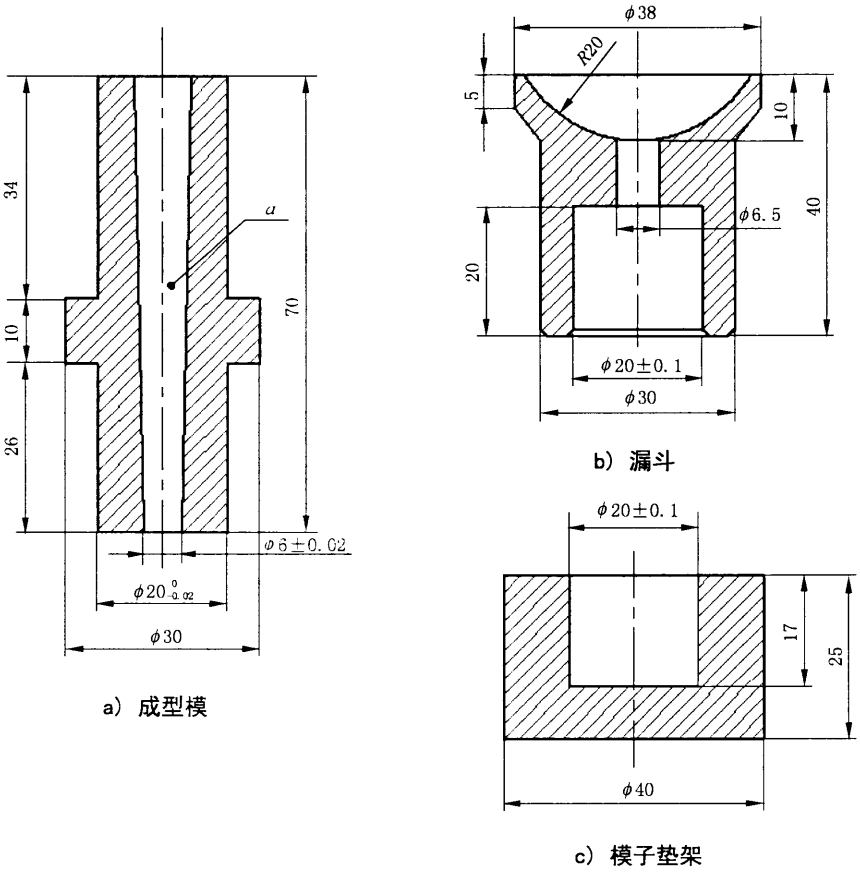
5.2.1　主要组成

煤笔制备设备主要由成型模及其附件、量规、成型打击器、脱模压力器及其附件、切样器组成。

5.2.2　成型模及其附件(图 4)

成型模及其附件内部应光滑，带有漏斗和模子垫架。

单位为毫米



[a] 内孔的锥度 1∶50。

图 4 成型模及附件

5.2.3 量规

尺寸见图 5,其中量规帽长约为 10 mm,量规帽距上控制线长约为 20 mm。

单位为毫米

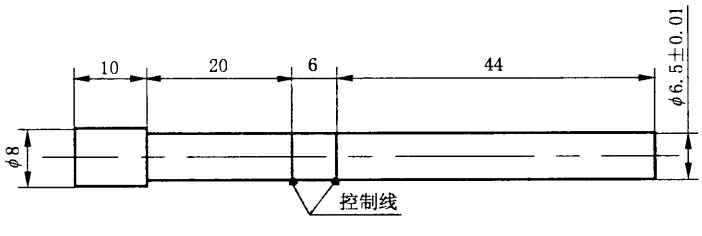
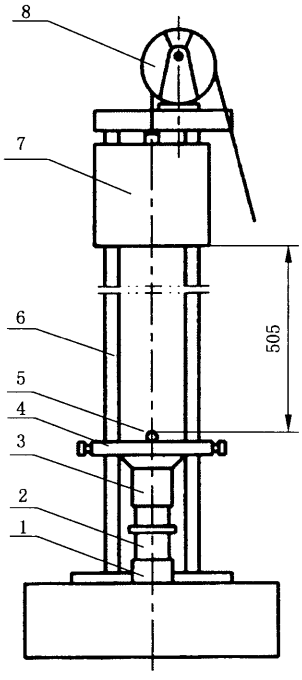
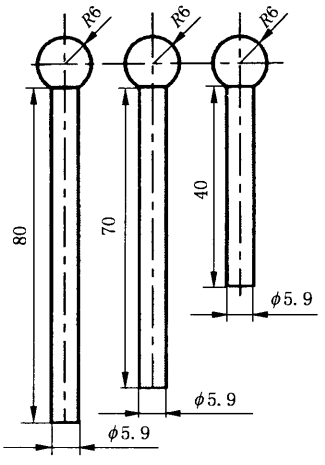


图 5 量规

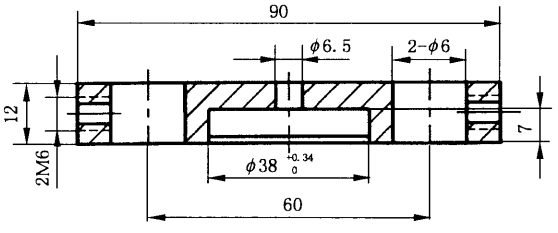
5.2.4 成型打击器(图 6)

单位为毫米





打击杆



打击导板

说明：

1——模垫；

2——成型模；

3——漏斗；

4——打击导板；

5——打击杆；

6——导柱；

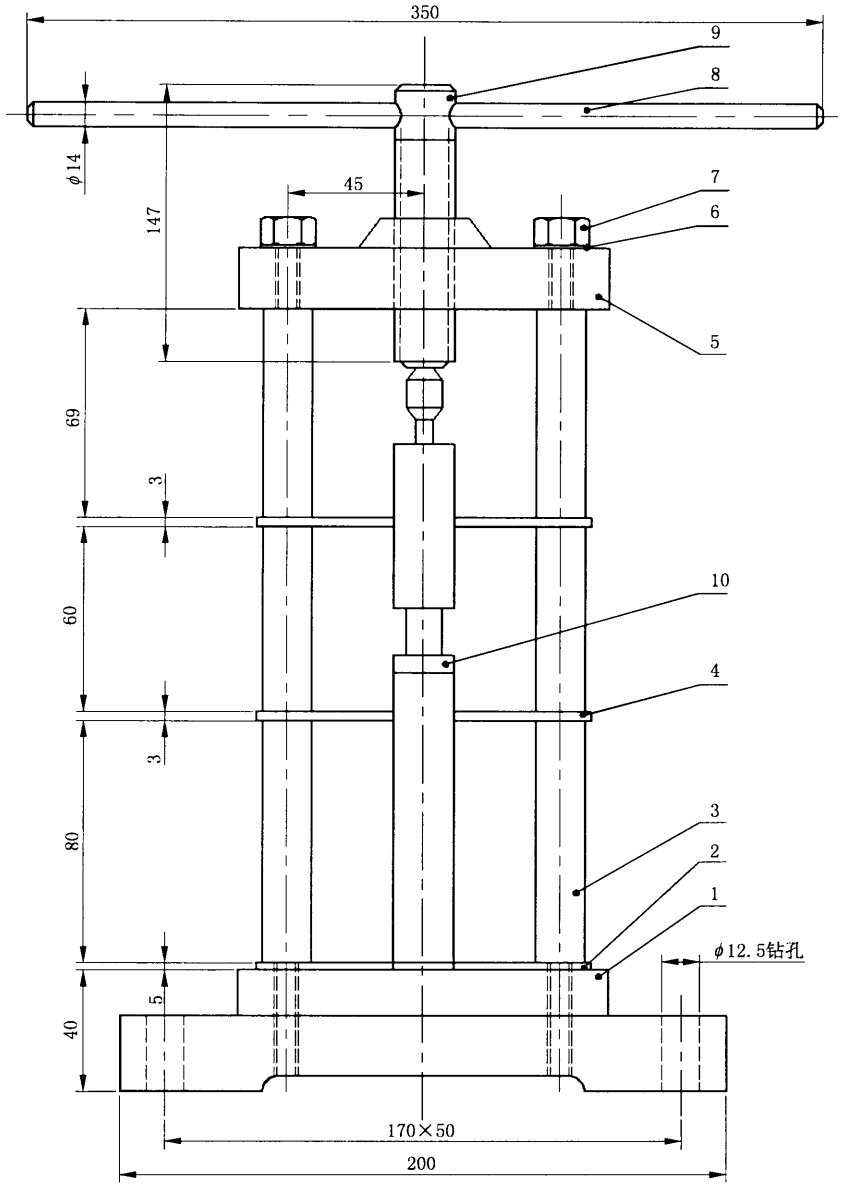
7——锤块；

8——滑轮。

图 6　成型打击器及附件

5.2.5　脱模压力器及其附件(图 7 和图 8)

单位为毫米



说明：

1 ——底座；

2 ——定位板；

3 ——支柱；

4 ——支撑板；

5 ——上盖；

6 ——垫圈；

7 ——螺母；

8 ——手柄；

9 ——丝杆；

10——煤笔脱模筒装配图。

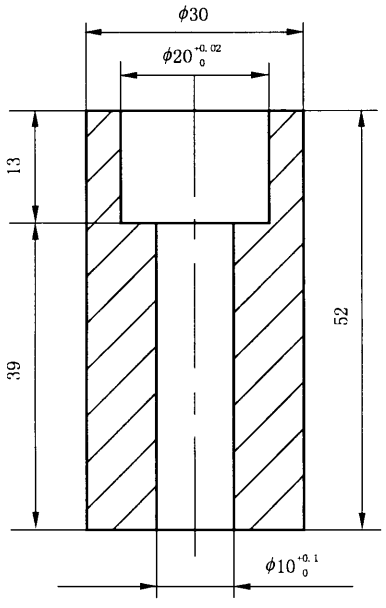
注 1：脱模压力器用 4 个 M12 的螺栓将设备固定在操作台上使用，各个连接螺栓处必须拧紧，牢固可靠。

注 2：煤笔脱模筒装配图中自下而上分别为接样管、成型模、出模导器、出模活塞。

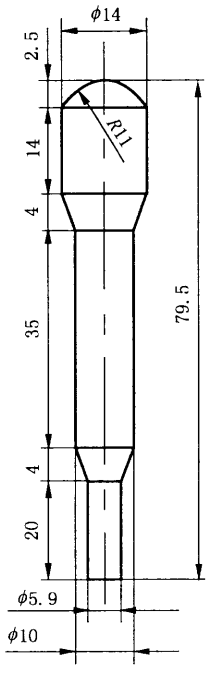
注 3：定位板和上盖的中心必须对准，否则可能在脱模时压坏脱模筒的零件。

图 7　脱模压力器

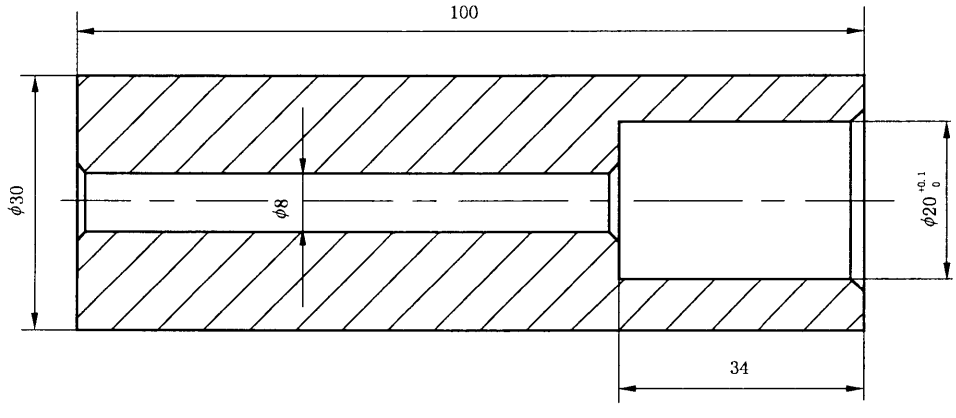
单位为毫米



a) 出模导器



b) 出模活塞

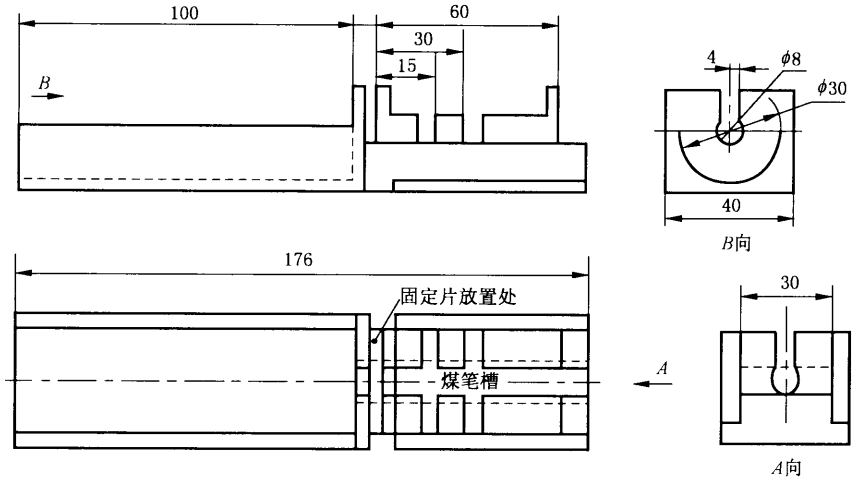


c) 接样管

图 8 脱模压力器附件

5.2.6 切样器(图 9)

单位为毫米



固定片为大小与固定片放置处相适应的长方形金属片。

图 9 切样器

5.3 天平：工业天平，分度值 0.1 g。

5.4 辅助工具：主要包括膨胀管和成形模清洁工具。

5.4.1 膨胀管清洁工具：由直径约 6 mm 头部呈斧形的金属杆、铜丝网刷和布拉刷组成。以便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。各清洁工具总长度应不小于 400 mm。

5.4.2 成型模清洁工具：由试管刷和布拉刷组成。试管刷直径 20 mm～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。

5.5 涂蜡棒：尺寸与成型模相配的金属棒。

5.6 酒精灯。

6 试样制备与贮存

6.1 试样制备

煤样按 GB 474 规定制备到粒度＜3 mm 的试样，达到空气干燥状态后，再破碎至全部通过 0.2 mm 筛子。粒度＜0.2 mm 的一般分析试验煤样其粒度组成应符合表 1 要求。

注：煤粒过细或过粗都会影响测定结果。

表 1 样品粒度分布表

粒度/mm	组成/%
＜0.20	组成＝100
＜0.10	70＜组成≤85
＜0.06	55＜组成≤70

6.2 试样贮存

已制备好的一般分析试验煤样应装在带磨口瓶塞的玻璃瓶中，置于阴凉处。试验应在制备后 3 天

内完成。若不能在3天内完成，试样应放在真空干燥器或氮气中贮存或将煤样瓶密封后冷藏，贮存时间不允许超过一周，否则试样作废。

7 仪器校正和检查

7.1 炉孔温度校正

采用对比每一孔中膨胀计管内的温度与测温孔内温度的办法来进行校正。在试验所规定的升温速度下，使膨胀管孔内的热电偶热接点与管底上部30 mm处的管壁接触，然后测量测温孔与膨胀管内的温度差。根据差值对试验时读取的温度进行校正。

7.2 电炉温度场检查

在电炉的测温孔及膨胀管内各置一热电偶，以5 ℃/min的升温速度加热，在400 ℃～550 ℃范围内，每5 min记录一次两热电偶的差值，改变膨胀管内热电偶的位置，在膨胀管底部往上180 mm范围内，至少测定0 mm、60 mm、120 mm、180 mm四点。计算各点两电偶差值，各点之间平均值之差应符合5.1.3规定。

7.3 成型模检查

可用量规检查试验中所用成型模的磨损情况，同样也可用于检查新的成型模。如果将量规从被检查成型模的大口径一端插入，可以观察到：

a) 有两条线时，则成型模过小，应重新加工；

b) 有一条线时，成型模适合使用；

c) 没有线时，则成型模已磨损，应予以更换。

7.4 膨胀管检查

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4个煤样结果相比较。如果相对差值的平均值绝对值大于3.5，则弃去旧管、旧杆。如果膨胀管、膨胀杆仍然适用，则以后每测定50次重新检查。膨胀管的检查详见附录C。

8 试验步骤

8.1 煤笔制备

8.1.1 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。称取一般分析试验煤样4 g，放在小蒸发皿中，用0.4 mL水润湿试样，迅速混匀，并防止有气泡存在。然后将成型模的小口径一端向下，放置在模子垫架上，并将漏斗套在大孔径一端，用牛角勺将试样顺着漏斗的边拨下，直到装满成型模，将剩余的试样刮回小蒸发皿中。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。

注：压实过程中防止试样外溅或打击杆卡住。

8.1.2 将整套成型模放在打击器下，先用长打击杆打击4下，然后加入试样再打击4下；依次使用长、中、短三种打击杆各打击2次。每次4下，共计24下。

8.1.3 移开打击导板和漏斗，取下成型模，将出模导器套在成型模小口径的一端，接样管套在成型模大口径一端，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，旋转手柄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，须用铝丝或铜丝将成型模中煤样挖出，重新称取试样制备煤笔。

注：遇到脱模困难的煤，在制作煤笔时，可以适当增加水量。

8.1.4 将装有煤笔的接样管放在切样器槽中，用打击杆将其中的煤笔轻轻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60 mm的部分）切去。煤笔长度要调整到(60±0.25)mm。

8.1.5 将制备好的煤笔细端向上从膨胀管的下端轻轻推入膨胀管中，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60 mm长的煤笔从两头各切掉15 mm，留下中间的30 mm进行试验。

8.2 膨胀度测定

8.2.1 根据试样挥发分V_{daf}大小将电炉预升至一定温度（表2）。

表2 电炉预升温温度

V_{daf}/%	预升温度/℃
$V_{daf}<20$	380
$20\leqslant V_{daf}\leqslant 26$	350
$V_{daf}>26$	300

8.2.2 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恢复到入炉时温度。然后以3 ℃/min的速度升温。必须严格控制升温速度，满足每5 min温升(15±1)℃的要求，每5 min记录一次温度。

8.2.3 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。

8.3 膨胀管和膨胀杆清洁

8.3.1 膨胀管

卸去膨胀管底的丝堵，用头部呈斧形的金属杆除去管内的半焦，然后用铜丝网刷清管内残留的半焦粉，再用布拉刷擦净，直到内壁光滑明亮为止。当管子不易擦净时，可用粗苯或其他适当的溶液装满管子，浸泡数小时后再清擦。

8.3.2 膨胀杆

用细砂纸，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管中自由滑动。

9 结果表述

9.1 记录曲线类型判断和结果计算

图10～图13分别给出了烟煤膨胀计试验中的正膨胀、负膨胀、仅收缩、倾斜收缩四种记录曲线类型。根据试验记录的曲线，读出三个特征温度：软化温度(T_1)（见3.1）、开始膨胀温度(T_2)（见3.2）、固化温度(T_3)（见3.3），并计算最大收缩度(a)（见3.4）和最大膨胀度(b)（见3.5）。烟煤膨胀计试验记录曲线类型按下列方法确定和表述：

a) 若收缩后膨胀杆回升的最大高度高于开始下降位置，则最大膨胀度以“正膨胀”表示（图10）；

b) 若收缩后膨胀杆回升的最大高度低于开始下降位置，则最大膨胀度以“负膨胀”表示，膨胀度

按膨胀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(图 11)；

c) 若收缩后膨胀杆没有回升，则最大膨胀度以“仅收缩”表示(图 12)；

d) 若最终的收缩曲线不是完全水平的，而是缓慢向下倾斜，则最大膨胀度以“倾斜收缩”表示(图 13)，并规定最大收缩度以 500 ℃处的收缩值报出。

注：如果倾斜收缩中出现软化温度大于 500 ℃，则软化温度报出 500 ℃。

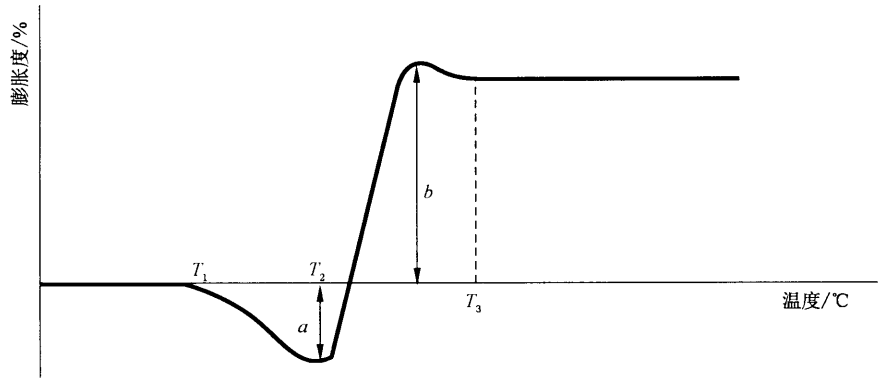


图 10 烟煤奥阿膨胀计试验正膨胀曲线

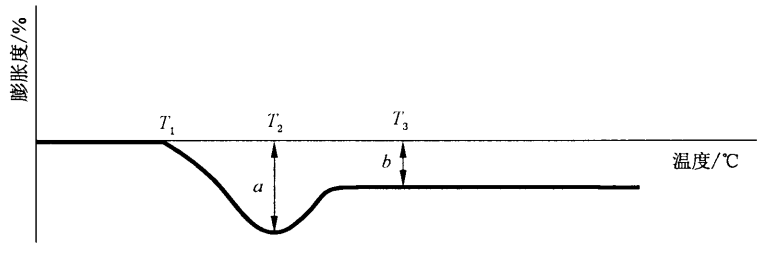


图 11 烟煤奥阿膨胀计试验负膨胀曲线

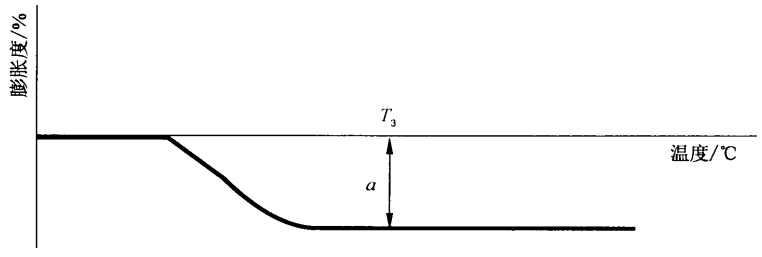


图 12 烟煤奥阿膨胀计试验仅收缩曲线

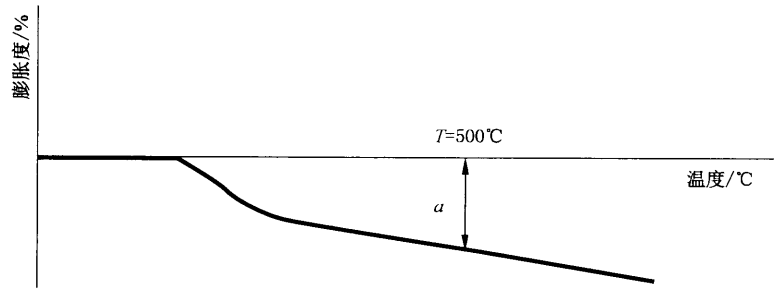


图 13 烟煤奥阿膨胀计试验倾斜收缩曲线

9.2 结果表述

根据试验位移曲线判断曲线类型。被测样品的特征温度测定值修约到整数，最大收缩度(a)(见3.4)和最大膨胀度(b)(见3.5)的测定值修约到小数点后一位；最终结果以两次重复测定结果的算术平均值按GB/T 483规定修约到整数报出。

10 方法精密度

烟煤奥阿膨胀度测定方法的重复性限和再现性临界差如表3规定。

表 3 方法精密度

参 数	重复性限	再现性临界差
软化温度 T_1/℃	7	15
开始膨胀温度 T_2/℃	7	15
固化温度 T_3/℃	7	15
最大膨胀度 b/%	$5\times\left(1+\frac{\bar{b}}{100}\right)$	$5\times\left(2+\frac{\bar{b}}{100}\right)$
注：$\bar{b}$ 是两次重复测定结果的算术平均值。		

11 试验报告

试验结果报告至少应包括以下信息：

——试样标识；

——依据标准；

——试验结果；

——与标准的任何偏离；

——试验中出现的异常现象；

——试验日期。

附 录 A
（资料性附录）
本标准与 ISO 349:1975 章条编号对照表

表 A.1 给出了本标准章条编号与 ISO 349:1975 章条编号对照。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 349:1975 章条编号对照表

本标准章条编号	对应的国际标准章条编号
1	1
2	—
3	2 中相关术语部分
4	2 中相关原理部分
5.1	3.2、3.3
5.2	3.1
5.3	—
5.4	3.3.3
6	4
7	3.4、3.5
8	5
9	6
10	7
11	—

附 录 B
（资料性附录）
本标准与 ISO 349:1975 技术性差异及其原因

表 B.1 给出了本标准与 ISO 349:1975 的技术性差异及其原因。

表 B.1 本标准与 ISO 349:1975 技术性差异及其原因

本标准的章条编号	技术性差异	原因
2	规范性引用文件采用相应中国国家标准	适合中国国情
3.2	开始膨胀温度(T_2)由膨胀杆下降到最低点时的温度改为膨胀杆下降到最低点后开始上升的温度	方便检验人员准确判断
3.3	将膨胀杆达到最高点时的温度为最大膨胀温度(T_3),改为膨胀杆停止移动时的温度为固化温度	考虑到我国有些强粘结性煤膨胀杆达到最高点时的温度和膨胀杆停止移动时的温度不一致
5.1	电炉的温度场 0～120 mm 一段平均温差由±2 ℃改为±3 ℃	实验表明±3 ℃亦可满足要求,适合中国国情
5.2	更改成型模的附件尺寸,尺寸标注更详细	方便加工,标准表述更清晰
6	删除了国际标准中的煤样保存方式和制作过程,保留了隔绝空气保存,同时提出样品使用时限	根据中国相关国家标准修改,且能满足试验要求
7.2	电炉温度场的检查更为详细	标准表述更清晰
7.4	旧管旧杆检查合格后可使用次数从 25 次更改为 50 次	适合中国国情
8.1.2	明确夯实煤样打击杆打击次数	标准表述更清晰,保证实验结果重复性
9.1	增加典型膨胀曲线类型及相应示意图	方便使用
10	方法精密度不同	适合中国煤种性质,根据国内煤炭实验室协同实验结果给出

附 录 C
（规范性附录）
膨胀管和膨胀杆检查

C.1 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进行对比试验。分别用新、旧膨胀管和膨胀杆对 4 个煤样进行测定，并按式(A.1)计算膨胀度相对差值 X：

$$X=\frac{b_0-b_n}{1+\frac{b_n}{100}} \qquad \cdots\cdots\cdots\cdots\cdots\cdots(A.1)$$

式中：

b_0——用旧管旧杆测定的膨胀度，%；

b_n——用新管新杆测定的膨胀度，%。

C.2 如果 4 个煤样的膨胀度相对差值平均值的绝对值 $|\overline{X}|$ 超过 3.5，旧管旧杆应该更换。

示例 1：

煤	b_0	b_n	b_0-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

$$|\overline{X}|=\left|\frac{-6.1-3.4+1.3-6.4}{4}\right|=3.6$$

$|\overline{X}|$ 超过 3.5，因此旧管应更换。

示例 2：

煤	b_0	b_n	b_0-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

$$|\overline{X}|=\left|\frac{-1.3+0.6-3.7-2.8}{4}\right|=1.8$$

$|\overline{X}|$ 未超过 3.5，因此旧管旧杆还可以再作 50 次测定，然后重新检验。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
烟煤奥阿膨胀计试验
GB/T 5450—2014
*
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(100029)
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 1.5 字数 32 千字
2014年8月第一版 2014年8月第一次印刷
*
书号:155066·1-49734 定价 24.00 元

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

打印日期:2014年9月10日 F009A