

# 中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 1195—2020

---

## 煤中碳氢测定仪检定规程

Verification regulation of determinator for carbon and hydrogen in coal

2020-07-09 发布

2021-01-01 实施

---

国家煤矿安全监察局 发布



## 目 次

前言 .....	II
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 概述 .....	1
4 计量性能要求 .....	4
5 通用技术要求 .....	5
6 计量器具控制 .....	5
附录 A (资料性附录) 检定证书和检定结果通知书内页格式 .....	9
附录 B (资料性附录) 检定记录格式 .....	10

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》进行编写。  
请注意本标准的某些内容可能涉及专利。本标准的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本规程由中国煤炭工业协会提出。

本规程由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本规程起草单位：煤炭科学技术研究院有限公司检测分院。

本规程主要起草人：隋艳、郑凤轩、张博。

本标准为首次发布。

# 煤中碳氢测定仪检定规程

## 1 范围

本标准规定了煤中碳氢测定仪(以下简称测定仪)的检定的计量性能要求、通用技术要求和计量器具控制等。

本标准适用于煤中碳氢测定仪的首次检定、后续检定和使用中检验。

## 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/T 212 煤的工业分析方法

GB/T 476 煤中碳和氢的测定方法

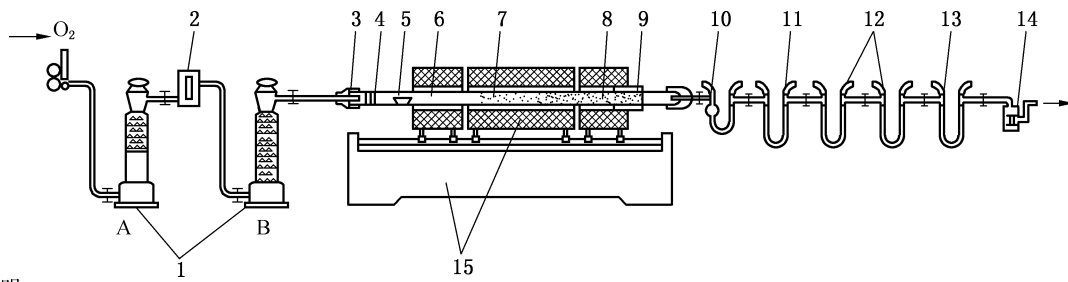
## 3 概述

### 3.1 总则

煤中碳氢测定仪包括3种类型:重量法煤中碳氢测定仪、电量-重量法煤中碳氢测定仪和红外光谱法煤中碳氢测定仪。

### 3.2 重量法煤中碳氢测定仪

重量法煤中碳氢测定仪的测定原理为:一定量的煤样在氧气流中燃烧,煤中碳全部生成二氧化碳,煤中氢全部生成水,并分别被吸收剂吸收,根据吸收剂的增量计算煤中碳和氢的含量。煤样中硫和氯对碳测定的干扰在三节炉中用铬酸铅和银丝卷消除,在二节炉中用高锰酸银热解产物消除。氮对碳测定的干扰用粒状二氧化锰消除。其仪器结构如图1所示。



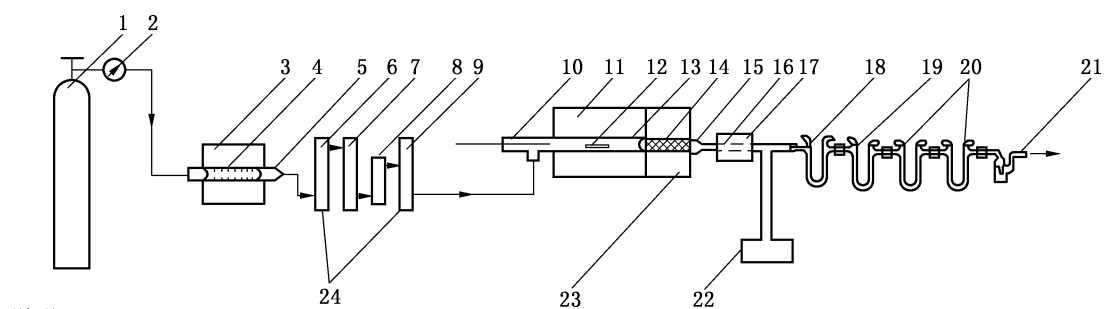
说明：

- 1 ——气体干燥塔；
- 2 ——流量计；
- 3 ——橡皮塞；
- 4 ——铜丝卷；
- 5 ——燃烧舟；
- 6 ——燃烧管；
- 7 ——氧化铜；
- 8 ——铬酸铅；
- 9 ——银丝卷；
- 10——吸水 U 形管；
- 11——除氮氧化物 U 形管；
- 12——吸收二氧化碳 U 形管；
- 13——空 U 形管；
- 14——气泡计；
- 15——三节电炉或二节电炉及控温装置。

图 1 重量法煤中碳氢测定仪示意图

### 3.3 电量-重量法煤中碳氢测定仪

电量-重量法煤中碳氢测定仪的测定原理为：一定量的煤样在氧气流中燃烧，煤中氢全部生成水，并与五氧化二磷反应生成偏磷酸，电解偏磷酸，根据电解所消耗的电量，计算煤中氢的含量。煤中碳的测定原理同三节炉（或二节炉）仪器法。其仪器结构如图 2 所示。



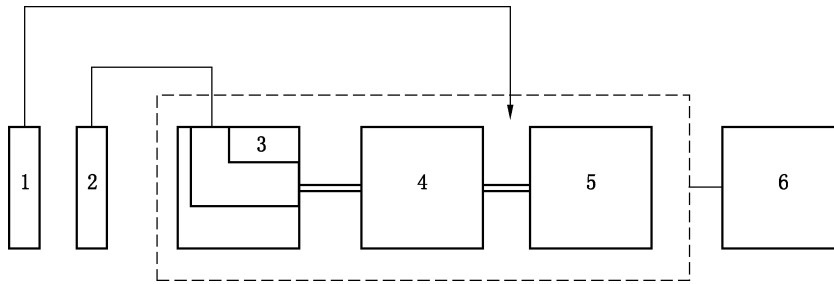
说明：

- 1 —— 氧气钢瓶；
- 2 —— 氧气减压阀；
- 3 —— 净化炉；
- 4 —— 线状氧化铜；
- 5 —— 净化管；
- 6 —— 变色硅胶；
- 7 —— 碱石棉；
- 8 —— 氧气流量计；
- 9 —— 无水高氯酸镁；
- 10 —— 带推棒的橡皮塞；
- 11 —— 燃烧炉；
- 12 —— 燃烧舟；
- 13 —— 燃烧管；
- 14 —— 高锰酸银热解产物；
- 15 —— 硅酸铝棉；
- 16 —— Pt - P<sub>2</sub>O<sub>5</sub> 电解池；
- 17 —— 冷却水套；
- 18 —— 除氮 U 形管；
- 19 —— 吸水 U 形管；
- 20 —— 吸收二氧化碳 U 形管；
- 21 —— 气泡计；
- 22 —— 电量积分器；
- 23 —— 催化炉；
- 24 —— 气体干燥管。

图 2 电量-重量法煤中碳氢测定仪示意图

### 3.4 红外光谱法煤中碳氢测定仪

红外光谱法煤中碳氢测定仪的测定原理为：已知质量的煤样在高温和氧气流中充分燃烧，煤中的碳和氢完全燃烧生成二氧化碳和水。由特定的处理系统滤除对测定有干扰的影响因素（如硫、氯等的燃烧产物）。煤中的碳和氢的含量分别以二氧化碳和水蒸气的形式由特定的检测系统定量测定。其仪器结构如图 3 所示。



说明：

- 1——载气；
- 2——氧气；
- 3——燃烧系统；
- 4——处理系统；
- 5——检测系统；
- 6——控制系统。

图 3 红外光谱法煤中碳氢测定仪示意图

#### 4 计量性能要求

##### 4.1 重复性

测定仪的重复性标准差应不大于表 1 的规定。

表 1 测定仪的重复性

项目	标准差 %
碳含量( $C_{ad}$ )	0.26
氢含量( $H_{ad}$ )	0.077

##### 4.2 示值误差

测定仪的示值误差应不超过表 2 的规定。

表 2 测定仪的示值误差

项目	最大允许误差 %
碳含量( $C_d$ )	$\pm 2\sqrt{\left(\frac{U}{2}\right)^2 + 0.016}$
氢含量( $H_d$ )	$\pm 2\sqrt{\left(\frac{U}{2}\right)^2 + 0.0014}$

注：“U”为煤炭标准物质认定值的扩展不确定度。



## 5 通用技术要求

### 5.1 外观与通电检查

5.1.1 测定仪应有下列标志:仪器名称、型号、制造日期、仪器编号和制造商名称。

5.1.2 测定仪外观不应有影响仪器正常工作的机械损伤。

5.1.3 测定仪的各紧固件和电缆接插件均应紧固,插接良好;各运动件运行平稳自如;各功能键应完好,工作正常。

5.1.4 测定仪的指示刻度或数字清晰,数字显示完整。

### 5.2 控温性能

#### 5.2.1 控温误差

高温炉显示温度达到设定值并稳定后,实际炉温与规定工作温度相差不应超过 $\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。高温炉的规定工作温度如下:

——三节炉重量法煤中碳氢测定仪:第一节: $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;第二节: $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;第三节: $600\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;

——二节炉重量法煤中碳氢测定仪:第一节: $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;第二节: $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;

——电量-重量法煤中碳氢测定仪:燃烧炉: $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;催化炉: $300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 或 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;

——红外光谱法煤中碳氢测定仪:主燃烧炉: $950\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;次燃烧炉: $850\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

#### 5.2.2 控温精度

高温炉显示温度达到设定值并稳定后,其温度波动不应超过 $10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

### 5.3 绝缘电阻

测定仪独立供电部分的电源接线端与炉壳之间的绝缘电阻应不小于 $20\text{ M}\Omega$ 。

## 6 计量器具控制

### 6.1 总则

计量器具控制包括首次检定、后续检定和使用中检验。

### 6.2 检定条件

#### 6.2.1 环境条件

——环境温度: $15\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 35\text{ }^{\circ}\text{C}$ ;

——相对湿度:不大于 $80\%$ ;

——供电电源: $\text{AC}(220\pm 10)\text{V},(50\pm 1)\text{Hz}$ ;

——周围无强烈振动,无强电和磁场干扰,无腐蚀性气体存在。

#### 6.2.2 检定用标准器具及其他设备

##### 6.2.2.1 煤标准物质

国家一级标准物质“煤物理特性和化学成分分析标准物质”。

6.2.2.2 直流标准数字电压表

0.05级  $5\frac{1}{2}$  数字电压表,或同等准确度等级的其他电测设备。

6.2.2.3 标准热电偶

铂铑 10-铂、二等。

6.2.2.4 绝缘电阻表

直流电压 500 V;准确度等级 10 级。

6.2.2.5 分析天平

感量 0.1 mg,准确度等级 I 级。

6.2.2.6 鼓风干燥箱

可控温在 105 °C~110 °C。

6.2.2.7 玻璃称量瓶

直径 40 mm,高 25 mm,带有严密的磨口盖。

6.2.2.8 干燥器

内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

6.2.2.9 秒表

分辨力 0.1 s。

6.3 检定项目

首次检定、后续检定和使用中检验的项目见表 3。

表 3 煤中碳氢测定仪的检定项目

序号	检定项目	首次检定	后续检定	使用中检验
1	外观与通电检查	+	+	+
2	控温性能	+	+	—
3	重复性	+	+	—
4	示值误差	+	+	+
5	绝缘电阻	+	+	—

注 1: “+”为需要检定的项目,“—”为不需要检定的项目。  
注 2: 经安装和维修后对仪器计量性能有重大影响时,需开展“后续检定”。

## 6.4 检定方法

### 6.4.1 检定前准备

- a) 按说明书的要求启动并预热仪器；
- b) 若试验前有特定要求，如空白试验，按说明书或有关标准进行。

### 6.4.2 外观和通电检查

按 5.1.1~5.1.4 要求采用目测和感官触摸检查。

### 6.4.3 控温性能检定

设定炉温为规定的工作温度(5.2.1)，当炉温显示值达到设定值并稳定后，将与直流标准数字电压表(6.2.2.2)连接的标准热电偶(6.2.2.3)从仪器的进样端插入到炉膛中，并使其热端与仪器控温热电偶的热端处在同一截面处，使其冷端置于冰水混合物中或室温下。至少稳定 30 min 后，每隔 2 min 记录一次标准数字电压表上的电势值和煤中碳氢测定仪显示温度，连续记录 10 次。查表，将每次记录的电势值转换为摄氏温度值。以 10 次测量温度值的平均值为实际炉温，该温度与规定温度之差为控温误差；以 10 次测量温度值的极差为控温精度(温度波动范围)；以 10 次煤中碳氢测定仪显示温度的平均值为温度显示值。

当冷端置于室温下时，应进行冷端校正。方法是：在最接近冷端处挂一支温度计，在每次读取热端电势值的同时读取冷端温度，查分度表将冷端温度转化为电势值；根据冷端电势值与热端电势值之和查分度表求得冷端校正后的温度值。

当控温误差超过  $\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$  时，调整实际炉温到规定工作温度(按仪器说明书方法或通过改变炉温显示值)后按上述步骤再检定一次。

计算温度显示值与实际炉温之差(温度显示误差)，给出与实际炉温相对应的温度显示值和温度显示校正值。

### 6.4.4 重复性检定

#### 6.4.4.1 碳含量

选取高、低碳含量范围的两个煤样，分别按照 GB/T 476 或仪器操作说明书给出的方法进行 7 次碳含量的重复测定并按式(1)计算重复性标准差  $S$ ：

$$s = \sqrt{\frac{\sum_{i=1}^n (x_i - \bar{x})^2}{n-1}} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$s$  ——重复测量标准差；

$n$  ——重复测量次数( $n=7$ )；

$x_i$  ——第  $i$  次测量结果；

$\bar{x}$  —— $n$  次重复测量结果的平均值。

#### 6.4.4.2 氢含量

选取高、低氢含量范围的两个煤样，按照 6.4.4.1 的步骤进行氢含量的重复性测定。

6.4.5 示值误差检定

6.4.5.1 碳含量

6.4.5.1.1 煤标准物质的碳含量测定

选取碳含量大于 75%，75%~60%和小于 60%的煤标准物质 3 个，按照 GB/T 476 规定的方法分别对每个煤标准物质在重复性条件下进行 2 次碳含量的测量，以 2 次测量结果的平均值作为该煤标准物质的空气干燥基碳含量的仪器示值  $C_{ad}$ 。

6.4.5.1.2 煤标准物质的水分测定

按照 GB/T 212 规定测定 6.4.5.1.1 中所用的煤标准物质的水分。

6.4.5.1.3 仪器碳含量测定值换算为干燥基数值

按式(2)将煤标准物质的仪器碳含量测定值(空气干燥基)换算为干基数值  $C_d$ ：

$$C_d = C_{ad} \times \frac{100}{100 - M_{ad}} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$C_d$  ——换算为干基的仪器测定(或显示)的碳含量值，%；

$C_{ad}$  ——仪器测定(或显示)的空气干燥基碳含量值，%；

$M_{ad}$  ——煤标准物质的空气干燥基水分测定值，%。

6.4.5.1.4 示值误差的计算

按式(3)计算仪器碳含量测定的仪器示值误差：

$$\Delta = C_d - C_{CRM} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$\Delta$  ——仪器的示值误差，%；

$C_{CRM}$  ——煤标准物质证书给出的碳含量认定值，%。

6.4.5.2 氢含量

选取氢含量大于 4%，4%~2%和小于 2%的煤标准物质 3 个，按 6.4.5.1 进行氢含量示值误差的测定。

6.4.6 绝缘电阻检定

断开外接电源。仪器电源开关处于接通位置，将各电源端子短路，用绝缘电阻表(6.2.2.4)按第 5.3 条规定的部位进行测量。测量时，应稳定 10 s 后读取绝缘电阻值。

6.5 检定结果的评定

所有检定项目检定结果符合第 4 章和第 5 章的相关要求才能评定仪器合格，发给检定证书；否则评定仪器不合格，发给检定结果通知书，并注明不合格项目。

检定证书和检定结果通知书内页格式见附录 A。

6.6 检定周期

检定周期一般为两年。

附 录 A  
(资料性附录)

检定证书和检定结果通知书内页格式

A.1 检定证书内页格式

表 A.1 检定结果

序号	项目	技术要求	检定结果
	外观和通电检查		
	控温误差		
	控温精度		
	重复性		
	示值误差		
	绝缘电阻		
备注	温度校准	实际炉温 ℃	
		温度显示值 ℃	
		温度显示修正值 ℃	

A.2 检定结果通知书内页格式

表 A.2 检定结果

序号	项目	技术要求	检定结果
	外观和通电检查		
	控温误差		
	控温精度		
	重复性		
	示值误差		
	绝缘电阻		
备注	温度校准	实际炉温 ℃	
		温度显示值 ℃	
		温度显示修正值 ℃	
不合格项：			

**附 录 B**  
(资料性附录)  
检定记录格式

**B.1 检定记录格式**

编号：

仪器名称、型号 \_\_\_\_\_ 送检单位 \_\_\_\_\_

制造厂名 \_\_\_\_\_ 仪器编号 \_\_\_\_\_

检定环境：温度 \_\_\_\_\_ 相对湿度 \_\_\_\_\_

序号	检定项目	试验记录							
1	外观和通电检查								
2	控温性能		仪器显示 温度 ℃	标准器读数 电势 mV	标准电偶冷端		冷端校正后 总电势 mV	实际炉温 ℃	
					温度 ℃	电势 mV			
		1							
		2							
		3							
		4							
		5							
		6							
		7							
		8							
		9							
		10							
		平均			平均				
		规定工作温度 ℃							
		实际炉温与规定温度之差 ℃							
显示温度与实际炉温之差 ℃									
温度波动范围 ℃									

(续)

序号	检定项目	试验记录						
		3	重复性 标准差	样品编号				
序号	称样量 mg			$C_{ad}$		称样量 mg	$C_{ad}$	
				mg	%		mg	%
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								
平均值 $\bar{x}$								
标准差 $s_r$								
样品编号								
序号	称样量 mg			$H_{ad}$		称样量 mg	$H_{ad}$	
				mg	%		mg	%
1								
2								
3								
4								
5								
6								
7								
平均值 $\bar{x}$								
标准差 $s_r$								
4	示值误差	水分						
		样品编号						
		称量瓶质量 g						
		煤样质量 g						
		(称量瓶+ 煤样)质量 g						

(续)

序号	检定项目	试验记录									
4	示值误差	第一次干燥后称量 g									
		第二次干燥后称量 g									
		第三次干燥后称量 g									
		干燥后质量损失 g									
		水分 $M_{ad}$ %									
		平均 $M_{ad}$ %									
		碳或氢									
		样品编号									
			称样量 mg	$C_{ad}$ (或 $H_{ad}$ ) mg    %		称样量 mg	$C_{ad}$ (或 $H_{ad}$ ) mg    %		称样量 mg	$C_{ad}$ (或 $H_{ad}$ ) mg    %	
		1									
		2									
		平均值 $C_{ad}$ (或 $H_{ad}$ ) %									
		平均值 $C_d$ (或 $H_d$ ) %									
		认定值 $C_d$ (或 $H_d$ ) %									
		示值误差 $\Delta$ %									
5	绝缘电阻										

检定员 \_\_\_\_\_

核验员 \_\_\_\_\_

检定日期 \_\_\_\_\_









MT/T 1195—2020

中华人民共和国煤炭  
行业标准  
煤中碳氢测定仪检定规程  
MT/T 1195—2020

\*

应急管理出版社 出版  
(北京市朝阳区芍药居 35 号 100029)  
网址: [www.cciph.com.cn](http://www.cciph.com.cn)  
北京建宏印刷有限公司 印刷  
全国新华书店 经销

\*

开本 880mm×1230mm 1/16 印张 1 1/4  
字数 23 千字  
2020 年 11 月第 1 版 2020 年 11 月第 1 次印刷

**15 5020 · 1561**

社内编号 20201527 定价 25.00 元

版权所有 违者必究

本书如有缺页、倒页、脱页等质量问题,本社负责调换