



中华人民共和国国家计量技术规范

JJF

—2023

烟煤胶质层指数测定仪校准规范

Calibration Specification for Determinators of
Plastometric Indices of Bituminous Coal

(征求意见稿)

202*—*—20 发布

202*—0*—01 实施

国家市场监督管理总局 发布

全国物理化学计量技术委员会MTC17

烟煤胶质层指数测定仪校准规范

Calibration Specification for Determinator
of Plastometric Indices of Bituminous Coal

JJF ***—202*

归口单位：全国物理化学计量技术委员会

主要起草单位：新疆维吾尔自治区计量测试研究院

中国计量测试研究院

参加起草单位：黑龙江省计量测试研究院

湖南省计量检测研究院

宝钢集团新疆八一钢铁

本规范委托全国物理化学计量技术委员会负责解释

本规范主要起草人：

参加起草人：

全国物理化学计量技术委员会MTC17

目 录

引 言	II
1 范围	3
2 引用文件	3
3 术语和计量单位	3
4 概述	3
5 计量特性	4
6 校准条件	4
7 校准项目和校准方法	5
7.1 程序升温示值误差	6
7.2 胶质层指数(Y 值)示值误差	6
8 校准结果表达	7
9 复校时间间隔	7
附录 A 试验准备	8
附录 B 手动试验步骤	10
附录 C 烟煤胶质层指数测定仪校准记录	12
附录 D 校准证书内页格式	13
附录 E 烟煤胶质层指数 (Y 值) 示值误差不确定度评定示例	14

引 言

JJF 1001《通用计量术语及定义》、JJF 1071《国家计量校准规范编写规则》和JJF 1059.1《测量不确定度评定与表示》共同构成本规范制订的基础性系列规范。

本规范参考了GB/T 479-2016《烟煤胶质层指数测定方法》、GB/T 483-2007《煤炭分析试验方法一般规定》和MT/T 937-2005《烟煤胶质层指数测定仪通用技术条件》等文件中的技术要求和检测方法。

本规范为首次发布。

烟煤胶质层指数测定仪校准规范

1 范围

本规范适用于烟煤胶质层指数测定仪（以下简称测定仪）的校准。

2 引用文件

本规范引用了下列文件：

GB/T 479 烟煤胶质层指数测定方法

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

MT/T 937 烟煤胶质层指数测定仪通用技术条件

凡是注明日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本规范。

3 术语和计量单位

3.1 胶质层指数 plastometric indices

由萨波日尼柯夫提出的一种表征烟煤塑性的指标，以胶质层最大厚度 Y 值，最终收缩度 X 值等表示。[GB/T 483 定义 3.3.5]

3.2 胶质层最大厚度 maximum thickness of plastic layer

烟煤胶质层指数测定中测出的胶质体上、下层面各点所绘制的层面曲线之间的最大距离。[GB/T 483 定义 3.3.6]

3.3 程序升温示值误差

测定仪程序升温过程中，测定仪显示温度与理论温度的差值的差值。

4 概述

测定仪主要应用于煤炭、冶金、煤化工行业。测定仪的测量原理为：测定仪是模拟工业焦炉的炭化室，将一定量的煤样装入煤杯中，放入单向加热炉的底部，以一定的升温速度进行加热，煤样形成半焦层、胶质层和未软化的煤样层三个等温层面，用专用探针测量胶质层最大厚度 Y 。

测定仪可分为全自动、半自动和手动三种，主要由加热炉、温度传感器（热电偶）、程序温度控制系统、煤杯、探针、记录装置等部分组成，测定仪示意图见图 1。

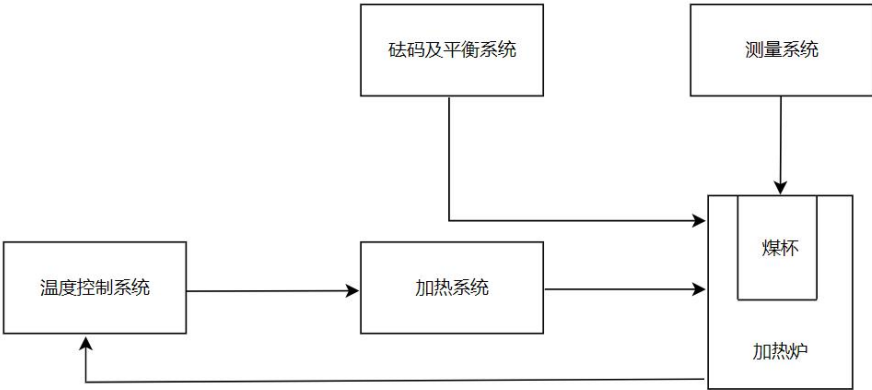


图 1 测定仪结构示意图

5 计量特性

5.1 热电偶示值误差

热电偶的允许误差为±0.75%t（t 为校准温度点）。

5.2 程序升温示值误差

温度低于 250℃时，升温速度为 8℃/ min；250℃以上，升温速度为 3℃/ min；在（350~600）℃期间，显示温度与理论温度的差值不超过 5℃，其余时间内不应超过 10℃。

5.3 胶质层指数示值误差和测量重复性要求见表 1

表 1 胶质层指数计量特性要求

项目	计量特性要求	
示值误差	胶质层指数（Y 值）≤20 mm	不超过±6 mm
	胶质层指数（Y 值）>20 mm	不超过±8 mm
测量重复性	胶质层指数（Y 值）≤20 mm	不大于 3 mm
	胶质层指数（Y 值）>20 mm	不大于 4 mm

注：以上指标不做合格判定依据，仅供参考。

6 校准条件

6.1 环境条件

6.1.1 环境温度：（5~40）℃。

6.1.2 相对湿度： ≤85%。

6.1.3 供电电源： 电压 (220 ± 22) V； 频率 (50 ± 1) Hz。

6.1.4 其他：测定仪应放置在不强烈振动源干扰的地方。

6.2 测量标准器及其他设备

表 2 测量标准器及其他设备

序号	名称	测量范围	技术要求	备注
1	标准铂铑 ₁₀ -铂热电偶	$(0 \sim 1084.62)$ °C	二等	温度标准器
2	电测设备	$(0 \sim 700)$ °C	准确度等级不低于 0.02 级、分辨力不低于 0.01 °C	用以读取热电偶测量温度
3	干体式温度校准器	$(0 \sim 700)$ °C	有效工作区域任意两点温差小于 0.2 °C	提供恒定的均匀温场
4	冰点恒温器	0°C	允差： ± 0.1 °C	为标准热电偶参考端提供 0°C 恒温场
5	有证标准物质	/	扩展不确定度不大于 2 mm ($k=2$)	测量胶质层 Y 值
6	电子天平	$(2 \sim 500)$ g	准确度等级 Ⅲ 级	称量标准样

7 校准项目和校准方法

7.1 热电偶示值误差

在热电偶测量温度范围内，一般选择 400 °C、500 °C、600 °C 三个校准温度点，采用比较法将被校热电偶与标准热电偶进行比较。标准热电偶参考端应置于冰点恒温器内，将被校热电偶与标准热电偶置于干体式温度校准器中，插入深度应不小于 150 mm。当标准热电偶温度偏离校准温度点 ± 1 °C 以内，温度变化每分钟不超过 0.1 °C 时开始读数，计算示值误差。

$$\Delta T_1 = T_0 - T_s \quad (1)$$

式中：

ΔT_1 ——程序升温示值误差，°C；

T_0 ——测定仪热电偶温度，°C；

T_s ——标准热电偶显示温度，°C。

7.2 程序升温示值误差

根据客户需求选择相应胶质层指数的标准物质，按照附录 A 进行装样。装样完

成后确认仪器各部分连接正确。打开测定仪程序控温仪开关，通电加热，两煤杯杯底升温速度如下：250℃以前约为 8℃/min，并要求 30 min 内升到 250℃；250℃以后为 3℃/min。在试验中应按时记录时间和温度，时间从 250℃起开始计算，以 min 为单位。每 10 min 记录一次温度。测定仪显示温度与理论温度的差值为程序升温示值误差，计算公式如下：

$$\Delta T_2 = T - T_d \quad (2)$$

式中：

ΔT_2 ——程序升温示值误差，℃；

T ——测定仪显示温度，℃；

T_d ——测定仪理论温度，℃。

7.3 胶质层指数(Y 值)示值误差

在 7.2 的条件下，按附录 B 的试验步骤测量仪器的胶质层指数。对同一标准物质重复测量 2 次，按式(3)计算胶质层指数(Y 值)示值误差。

$$\Delta Y = \bar{Y} - Y_s \quad (3)$$

$$\bar{Y} = \frac{Y_1 + Y_2}{2} \quad (4)$$

式中：

ΔY ——胶质层指数(Y)示值误差，mm；

Y_s ——标准物质认定值，mm。

\bar{Y} ——胶质层指数(Y 值)前、后炉测得的算术平均值，mm

Y_1 ——胶质层指数(Y 值)前炉测得值，mm；

Y_2 ——胶质层指数(Y 值)后炉测得值，mm；

全自动胶质层指数测定仪自动读取探测时间和上、下层面高度，生成胶质层指数值(Y 值)。

7.4 胶质层指数(Y 值)测量重复性

根据 7.3 测量结果，按式(5)计算胶质层指数(Y 值)测量重复性。

$$s_Y = \frac{|Y_1 - Y_2|}{C} \quad (5)$$

式中：

s_y ——胶质层指数（Y 值）测量重复性，mm；

Y_1 ——胶质层指数（Y 值）前炉测得值，mm；

Y_2 ——胶质层指数（Y 值）后炉测得值，mm；

C ——极差系数， $n=2$ 时， $C=1.13$ 。

8 校准结果表达

校准结果应在校准证书上反应。校准证书应包括以下信息：

- a) 标题：“校准证书”；
- b) 实验室名称和地址；
- c) 进行校准的地点（如果不在实验室内进行校准）；
- d) 校准证书编号，页码及总页数的标识；
- e) 校准单位校准专用章；
- f) 送校单位的名称和地址；
- g) 被校测定仪的描述和明确标识：测定仪的制造单位、名称、型号及出厂编号；
- h) 校准日期；
- i) 校准所依据的技术规范的名称及代号；
- j) 本次校准所用的主要计量标准器具（包括标准物质）的名称、测量范围、不确定度或准确度等级或最大允许误差、证书编号及有效期；
- k) 校准时的环境温度、相对湿度；
- l) 校准结果及其测量不确定度的说明；
- m) 校准人与核验人的签名；
- n) 校准证书批准人的签名与职务；
- o) 校准结果仅对被校对象有效的声明；
- p) 未经实验室书面批准，不得部分复制证书的声明。

9 复校时间间隔

测定仪复校时间间隔建议不超过 12 个月。由于复校时间间隔的长短是由测定仪的使用情况、使用者、仪器本身质量等诸因素所决定的，因此，送校单位可根据实际使用情况自主决定复校时间间隔。

附录 A

装样步骤

在校准实验之前，应按照下述方法将标准物质装入煤杯中。

A.1 清理煤杯：用人工或机械的方法清理煤杯上残留的焦屑等。

A.2 将杯底放入煤杯，使其下部凸出部分进入煤杯底部圆孔中，杯底上放置热电偶铁管的凹槽中心点与压力盘上放热电偶的空洞中心点对准。

A.3 将石棉圆垫铺在杯底上，石棉圆垫上圆孔应对准杯底上的凹槽，在杯内下部沿壁围一条滤纸条。将热电偶铁管插入杯底凹槽，把带有卷烟纸管的钢棍放在下部石棉圆垫的探测孔标志处，用压板把热电偶铁管和钢棍固定，并使它们都保持垂直状态。

A.4 将全部标准物质倒在缩分板上，堆掺均匀、摊成厚约 10 mm 的方块。用直尺将方块划分为若干 30mm×30mm 左右的小块，用取样铲，按棋盘式取样法隔块分别取出两份标准物质。每份标准物质质量为 $100\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 。

A.5 将每份标准物质用堆锥四分法分为 4 部分，分 4 次装入煤杯中。每装 25g 之后，用金属丝将煤样摊平，但不得捣固。

A.6 标准物质装完后，将压板暂时取下，把上部石棉圆垫小心地平铺在煤样上，并将露出的滤纸边缘折复于石棉圆垫之上，放入压力盘，再用压板固定热电偶铁管。将煤杯放入上部砖垛的炉孔中，半自动和手动测定仪把压力盘与杠杆连接起来，挂上砝码，调节杠杆到水平。

A.7 如标准物质在试验中生成流动性很大的胶质体溢出压力盘，则应按 A.1～A.5 步骤重新装样试验。重新装样的过程中，应在折复滤纸后，用压力盘压平，再用直径 2mm～3mm 的石棉绳在滤纸和石棉垫上方沿杯壁和热电偶铁管外壁围一圈，再放上压力盘，使石棉绳把压力盘与煤杯、压力盘与热电偶铁管之间的缝隙严密地堵起来。

A.8 在整个装样过程中卷烟纸管应保持垂直状态，当压力盘与杠杆联结好后，在杠杆上挂上砝码，把细钢棍小心地由纸管中抽出来(可轻轻旋转)，务必使纸管留在原有位置。如纸管被拔出，应重新装样。并用专用探针测量纸管底部，将专用探针放在压板上，探针刻度尺应指在零点，如不在零点，须重新装样。

A.9 若使用转筒记录体积曲线，把标准计算纸装在记录转筒上，并使纸上的

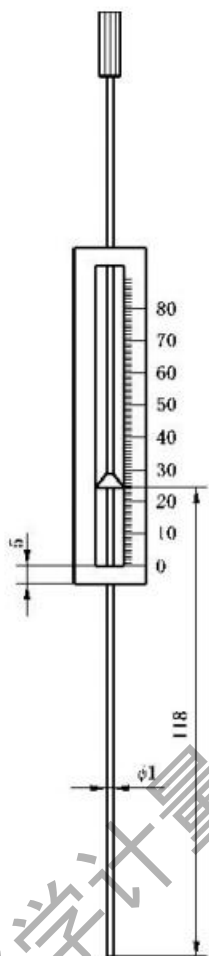


图 2 测定仪专用探针

附录 B

试验步骤（手动、半自动测定仪）

B.1 装样完成后，将煤杯置于加热炉上，确认仪器各连接正常，开始测量，若使用转筒记录体积曲线，温度到达 250 ℃时，调节记录笔尖使之接触到记录转筒上，固定其位置，并旋转记录转筒一周，划出一条“零点线”，再将笔尖对准起点，开始记录体积曲线。

B.2 测量胶质层层面在体积曲线下降后几分钟开始，到温度升至约 650 ℃时停止。当试样的体积曲线呈山型或生成流动性很大的胶质体时其胶质层层面的测定可适当地提前停止，一般可在胶质层最大厚度出现后再对上、下部层面各测 2~4 次即可停止，一般可在体积曲线下降约 5 mm 时开始测量胶质层上部层面，上部层面测值达 10 mm 左右时，开始测量下部层面。

B.3 测量胶质层上部层面时，将专用探针放在压板上，使探针通过压板和压力盘上的专用小孔小心地插入纸管中，轻轻往下探测，直到探针下端接触到胶质层层面，手感有阻力了为上部层面。读取专用探针刻度毫米数为层面到杯底的距离，将读数填入原始记录中“胶质层上部层面”栏内，并同时记录测量层面的时间。

B.4 测量胶质层下部层面时，用专用探针首先测出上部层面，然后轻轻穿透胶质体到半焦表面，手感阻力明显加大为下部层面，将读数填入原始记录表中“胶质层下部层面”栏内，同时记录测量层面的时间。探针穿透胶质层和从胶质层中抽出时，均应小心缓慢。在抽出时还应轻轻转动，防止带出胶质体或使胶质层内存积的煤气突然逸出，以免破坏体积曲线形状和影响层面位置。

B.5 当温度到达 730 ℃时，试验结束，关闭电源，使仪器冷却。

B.6 当胶质层测定结束后，必须等上部砖垛完全冷却，或更换上部砖垛方可进行下一次试验。

B.7 在试验过程中，当煤气大量从杯底析出时，应不时地向电热元件吹风，使从杯底析出的煤气和炭黑烧掉，以免发生短路，烧坏硅碳棒、镍铬线或影响热电偶正常工作。

B.8 如试验时煤的胶质体溢出到压力盘上，或在卷烟纸管中的胶质层层面骤然高起，则试验作废。

B.9 若使用转筒记录，取下记录转筒上的标准计算纸在体积曲线上方水平方向标出温度，在下方水平方向标出“时间”作为横坐标。在体积曲线下方、温度和时间

坐标之间留一适当位置，在其左侧标出层面距杯底的距离作为纵坐标。根据记录表上所记录的各个上、下部层面位置和相应的“时间”的数据，按坐标在图纸上标出“上部层面”和“下部层面”的各点，分别以平滑的线加以连接，得出上、下部层面曲线，取最大差值作为胶质层指数值（Y 值）。

全国物理化学计量技术委员会MTC17

附录 C

烟煤胶质层指数测定仪校准记录（推荐性）

委托单位：				地址：											
生产厂家：				仪器型号：				仪器编号：							
环境温度：℃				环境湿度：%RH											
校准依据：				校准地点：											
校准员：				核验员：				校准日期：							
校准用主要计量标准器和有证标准物质：															
标准器（或标准物质）				证书编号				不确定度/准确度等级				有效期			

温度 校准点/℃	标准 温度/℃	前炉 显示温度/℃		前炉 示值温度/℃		后炉 显示温度/℃		后炉 示值温度/℃							
前炉				后炉											
时间 /min	胶质层 上部层面/mm	胶质层 下部层面/mm	时间 /min	胶质层 上部层面/mm	胶质层 下部层面/mm	时间 /min	胶质层 上部层面/mm	胶质层 下部层面/mm							
Y 值 / mm			Y 值 / mm												
Y 值测量平均值 /mm			标准物质证书 认定值/mm												
Y 值示值误差 /mm			测量重复性 /mm												
测量不确定度 $U \quad k=2$															
时间/min	0	10	20	30	40	50	60	70	80	90	100	110	120	130	140
理论温度 /℃															
温度（前） /℃															
程序升温示 值误差/℃															
温度（后） /℃															
程序升温示 值误差/℃															

附录 D

校准证书内页格式

校准项目	校准结果	测量不确定度 U $k=2$
前炉热电偶示值误差/℃		
后炉热电偶示值误差/℃		
Y 值示值误差/mm		
Y 值测量重复性/mm		
程序升温示值误差/℃		

校准内容结束

全国物理化学计量技术委员会MTC

附录 E

烟煤胶质层指数 (Y 值) 示值误差评定示例

E.1 概述

E.1.1 校准方法：按照本校准规范对测定仪进行校准。

E.1.2 环境条件：温度 (5~40) °C，相对湿度 ≤85%，符合本校准规范规定的的环境条件。

E.1.3 测量标准：标准值为 30.0 mm 的标准物质，扩展不确定度 $U=2\text{ mm}$ ($k=2$)。

E.1.4 被校测定仪：全自动烟煤胶质层指数测定仪

E.2 测量模型

E.2.1 测量模型：

$$\Delta Y = \bar{Y} - Y_s \quad (\text{E. 1})$$

式中：

ΔY —胶质层指数 (Y) 值示值误差，mm；

\bar{Y} —胶质层指数 (Y 值) 前、后炉测得值的算术平均值，mm

Y_s —煤标样标准值，mm。

E.2.2 灵敏系数

$$c_1 = \frac{\partial \Delta Y}{\partial \bar{Y}} = 1$$

$$c_2 = \frac{\partial \Delta Y}{\partial Y_s} = -1$$

E.2.3 合成方差

$$u_c^2(\Delta Y) = c_1^2 u^2(\bar{Y}) + c_2^2 u^2(Y_s) \quad (\text{E. 2})$$

E.3 不确定度来源

影响胶质层指数 (Y 值) 示值误差测量不确定度的因素有：

E.3.1 胶质层指数 (Y 值) 测量平均值引入的标准不确定度分量。

E.3.1.1 环境条件、人员操作、被校测定仪、样品处理差异等各种随机因素通过重复测量引入的标准不确定度分量；

E.3.1.2 测定仪分辨力引入的标准不确定度分量；

E.3.1.3 数据修约引入的标准不确定度分量。

E.3.2 标准物质标准值引入的标准不确定度分量。

E.4 标准不确定度评定

E.4.1 胶质层指数 (Y) 值测量平均值引入的标准不确定度评定 $u(\bar{Y})$

由测量重复性引入的标准不确定度分量 $u_1(\bar{Y})$

对标准值为 30.0 mm 的标准物质进行 2 次重复测量，测量数据分别为：30.5 mm、32.0 mm，用极差法 ($C=1.13$) 计算得：

$$s_Y = \frac{|Y_1 - Y_2|}{C} = 1.3 \text{ mm}$$

由于测定仪分辨力为 0.1 mm，则分辨力引入的标准不确定度远小于测量重复性引入的标准不确定度，故忽略不计。

E.4.2 由标准物质标准值引入的标准不确定度分量 $u(Y_s)$ 的评定

标准值为 30.0 mm 的标准物质，由证书可知，其扩展不确定度为 $U=2 \text{ mm}$ ，包含因子 $k=2$ ，则标准不确定度为：

$$u(Y_s) = \frac{2}{2} = 1 \text{ mm}$$

E.5 标准不确定度汇总

标准不确定度汇总见表 E.1

表 E.1 标准不确定度一览表

标准不确定度分量	不确定度来源	标准不确定度
$u(\bar{Y})$	胶质层指数 (Y 值) 测量平均值引入的标准不确定度	1.3 mm
$u(Y_s)$	标准物质标准值 引入的标准不确定度	1 mm

E.6 合成标准不确定度

E.6.1 由于各输入量之间相互独立，则合成标准不确定度计算公式为

$$u_c(\Delta Y) = \sqrt{c_1^2 u^2(Y) + c_2^2 u^2(Y_s)} \quad (\text{E. 3})$$

E.6.2 合成标准不确定度计算

根据式(E.3)计算，标准值为 30.0 mm 的胶质层指数(Y 值)示值误差的合成标准 不确定度为：

$$u_c(\Delta Y) = \sqrt{1.33^2 + 1^2} = 1.66 \text{ mm}$$

E.7 扩展不确定度

取包含因子 $k=2$ ，则标准值为 30.0 mm 的胶质层指数(Y 值)示值误差的扩展不确定度按下式计算：

$$U = k \times u_c = 2 \times 1.66 = 3.4 \text{ mm} \quad k = 2 \quad (\text{E. 4})$$