

ICS 73.010
D 04



中华人民共和国国家标准

GB/T 23561.2—2009

煤和岩石物理力学性质测定方法 第2部分：煤和岩石真密度测定方法

Methods for determining the physical and mechanical properties of coal and rock
—Part 2: Methods for determining the true density of coal and rock

2009-04-08 发布

2009-12-01 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

GB/T 23561《煤和岩石物理力学性质测定方法》按部分发布,分为 16 个部分:

- 第 1 部分:采样一般规定;
- 第 2 部分:煤和岩石真密度测定方法;
- 第 3 部分:煤和岩石块体密度测定方法;
- 第 4 部分:煤和岩石孔隙率计算方法;
- 第 5 部分:煤和岩石吸水性测定方法;
- 第 6 部分:煤和岩石含水率测定方法;
- 第 7 部分:单轴抗压强度测定及软化系数计算方法;
- 第 8 部分:煤和岩石变形参数测定方法;
- 第 9 部分:煤和岩石三轴强度及变形参数测定方法;
- 第 10 部分:煤和岩石抗拉强度测定方法;
- 第 11 部分:煤和岩石抗剪试验方法;
- 第 12 部分:煤的坚固性系数测定方法;
- 第 13 部分:煤和岩石点载荷强度测定方法;
- 第 14 部分:岩石膨胀率测定方法;
- 第 15 部分:岩石膨胀应力测定方法;
- 第 16 部分:岩石耐崩解性指数测定方法。

本部分是 GB/T 23561 的第 2 部分。

本部分的附录 C、附录 D 为规范性附录,附录 A、附录 B 为资料性附录。

本部分由中国煤炭工业协会提出并归口。

本部分起草单位:煤炭科学研究总院开采设计研究分院和煤炭科学研究总院检测研究分院。

本部分主要起草人:齐庆新、李纪青、毛德兵、傅京昱。

煤和岩石物理力学性质测定方法

第2部分:煤和岩石真密度测定方法

1 范围

GB/T 23561 的本部分规定了煤和岩石真密度测定中涉及的术语和定义、仪器设备、试验步骤以及比重瓶法数据计算。

本部分采用比重瓶法或气体膨胀法真密度分析仪测定煤或岩石的真密度。

2 术语和定义

下列术语和定义适用于 GB/T 23561 的本部分。

2.1

煤真密度 true density of coal

煤固相物质的质量与其体积的比值。

2.2

岩石真密度 true density of rock

岩石固相物质的质量与其体积的比值。

3 仪器设备

3.1 气体膨胀法真密度分析仪

精确度 0.02% (135 cm³ 大样品池)、0.03% (50 cm³ 中样品池)、0.03% (10 cm³ 小样品池);
重复性 0.01% (135 cm³ 大样品池)、0.015% (50 cm³ 中样品池)、0.015% (10 cm³ 小样品池);
分辨率 0.000 1 g/mL。仪器应可以连接真空泵进行原位真空脱气。

3.2 比重瓶法仪器和设备

主要仪器设备如下:

- a) 岩石粉碎机;
- b) 瓷钵或玛瑙钵;
- c) 岩石研粉机,出料粒度 0.2 mm~0.3 mm;
- d) 分样筛:孔径 0.2 mm 或 0.3 mm;
- e) 天平:感量(最小分度值)0.001 g;
- f) 烘箱;
- g) 干燥器;
- h) 沙浴或水浴;
- i) 真空抽气装置:真空度至少可达 0.001 MPa(约 7 mmHg);
- j) 短颈比重瓶:带磨口毛细管塞,容量 100 mL 或 50 mL;
- k) 移液管:容量 10 mL(量筒);
- l) 磁铁;
- m) 恒温器:能保持(20±0.5)℃的恒温;
- n) 温度计:量程(0~50)℃,最小分度值 0.2℃。

3.3 试剂

十二烷基苯磺酸钠(C₁₈H₂₉NaSO₃),分析纯,2%水溶液。

GB/T 23561.2—2009

或十二烷基硫酸钠($C_{12}H_{25}NaSO_4$),化学纯,2%水溶液。

4 试验步骤

4.1 比重瓶法

4.1.1 试样制备

对于磁性岩石,取有代表性的岩样 100 g 左右,用瓷钵或玛瑙钵碾碎,并使其全部通过孔径 0.2 mm 或 0.3 mm 分样筛。

对于非磁性岩石或煤块,取有代表性的试样 300 g 左右,用粉碎机粉碎成小块,然后用研粉机研成粉末,并使其全部通过孔径 0.2 mm 或 0.3 mm 分样筛。用磁铁吸净混入岩粉中的铁屑。

将制备好的岩样在 105 ℃~110 ℃下干燥 24 h 后取出放在干燥器中冷却至室温。

4.1.2 岩样测试步骤

4.1.2.1 将蒸馏水煮沸并冷却至室温。

4.1.2.2 取瓶颈与瓶塞相符的 100 mL 比重瓶,用蒸馏水洗净,注入三分之一的蒸馏水,擦干瓶的外表面。

4.1.2.3 用四分法缩分并称取 15 g 试样粉末(精确至 0.001 g),借助漏斗小心倒入盛有三分之一蒸馏水的比重瓶中,注意勿使粉末撒落或粘在瓶颈上。

注:如采用 50 mL 比重瓶,则称取岩粉 10 g。

4.1.2.4 将盛有蒸馏水和岩粉的比重瓶放在沙浴或水浴上煮沸后再继续煮 1 h~1.5 h。

4.1.2.5 在煮沸过程中既要使试样粉末充分沸腾,又不要使试样粉末飞溅或外溢。

4.1.2.6 飞溅在瓶壁上的试样粉末,用滴定管沿瓶壁注水将其冲下。

4.1.2.7 如用真空抽气法,则将上述比重瓶放入真空抽气装置内。抽气的真空度为 0.001 MPa(约 7 mmHg)。开动真空泵抽气,直至瓶内无气泡发生为止,且抽气时间不小于 1 h。然后由三通开关放入空气。以下步骤与沙浴煮法相同。

4.1.2.8 含有水溶性矿物的岩石,应用煤油代替蒸馏水来测定,在这种情况下,只能用真空抽气法,而不能用沙浴煮法。煤油密度计算方法参见附录 A。

4.1.2.9 将煮沸后的比重瓶自然冷却至室温,然后注入蒸馏水,使液面与瓶塞刚好接触,注意不得留有气泡。擦干瓶的外表面,在天平上称重得 M_1 (若比重瓶有刻度线,液面的弯月线应与刻度线齐平)。

4.1.2.10 校正比重瓶,参见附录 B,称瓶水合重得 M_2 ,精确至 0.001 g。

4.1.3 煤样测试步骤

4.1.3.1 准确称取粒度小于 0.2 mm 的煤粉分析样 2 g(精确至 ± 0.001 g),通过无颈小漏斗全部仔细地移入比重瓶中。

4.1.3.2 用量筒向比重瓶中注入浓度为 2% 的十二烷基苯磺酸钠或十二烷基硫酸钠溶液 3 mL,并注意将瓶壁上附着的煤粒冲入瓶中,轻轻转动比重瓶,放置 15 min 使试样浸透。然后沿瓶壁加入 25 mL 蒸馏水。

4.1.3.3 把比重瓶移到水浴或沙浴中煮沸 20 min,以排除吸附的气体。

4.1.3.4 取出比重瓶,加入新煮沸的蒸馏水至水面低于瓶口约 1 cm 处,并冷却至室温。然后置于 $(20 \pm 0.5)^\circ\text{C}$ 或略低于室温的恒温器中,恒温 1 h(也可以在室温下放置 3 h 以上。如用十二烷基硫酸钠溶液最好过夜),并记录下室温温度。

4.1.3.5 用吸管沿瓶颈加煮沸过的 20°C 或室温蒸馏水至瓶口,盖上瓶塞,使过剩的水从瓶塞上的毛细管上溢出(这时瓶中和毛细管内不应有气泡存在,否则应重新加水盖瓶塞)。

4.1.3.6 迅速擦干比重瓶,立即称出比重瓶加煤粉样加润滑剂加水的质量。

4.2 气体膨胀法真密度分析法

4.2.1 试样制备:见 4.1.1。

- 4.2.2 仪器校准:放入与仪器配套的标准球,根据仪器的提示步骤完成校正。该校正每天开机后需要做一次,并且做完 25 个样品后应该进行一次复查。
- 4.2.3 称取试样质量:样品体积可取 $1\text{ cm}^3 \sim 135\text{ cm}^3$ 之间。若样品量不受限制,尽可能多取。根据样品分析量选定样品池,用电子天平先称样品池重,再加入颗粒试样至样品池的 $2/3$ 体积,称重精确至 0.001 g ,将样品池连同样品置入真密度分析仪中,并将称出样品的准确质量输入到真密度分析仪中。
- 4.2.4 精度设定:仪器可进行自动重复运行,直到所选取的多个测量值达到用户选择的允许精度。
- 4.2.5 平衡时间:自动选择或由用户选择压力。
- 4.2.6 脱气:采用脉冲吹扫脱气或原位真空脱气。
- 4.2.7 输入高纯氦气或氮气:利用气体扩展置换技术,直接测量出粉末试样的真实体积。
- 4.2.8 打印结果:连接计算机,打印试验结果及相关参数。

5 比重瓶法数据计算

比重瓶法数据按式 (1) 计算测定结果:

$$d = \frac{Md_s}{M + M_2 - M_1} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

d ——试样真密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3);

M ——试样质量,单位为克(g);

M_1 ——比重瓶、岩样和蒸馏水合重;或比重瓶、煤样、润滑剂和蒸馏水合重,单位为克(g);

M_2 ——比重瓶和满瓶蒸馏水合重,单位为克(g);

d_s ——室温下蒸馏水的密度,单位为克每立方厘米(g/cm^3), $d_s \approx 1\text{ g}/\text{cm}^3$ 。

当采用煤油代替蒸馏水进行测定时,则式中的 M_1 改为比重瓶、岩样和煤油合重或比重瓶、煤样、润滑剂和煤油合重(g), M_2 改为比重瓶和满瓶煤油合重(g),蒸馏水的密度 d_s 改为煤油的密度 d_m (d_m 的计算参见附录 A)即可计算测定结果。测定结果记录表见附录 C 和附录 D。

平行测定两次,取算术平均值,计算结果取三位有效数字。若两次测定结果差值超过 $0.02\text{ g}/\text{cm}^3$ 应重做。

附 录 A
(资料性附录)
煤油密度的计算

A.1 煤油的密度计算按公式(A.1):

$$d_m = \frac{(M_3 - M_4)d_s}{M_2 - M_4} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

d_m ——室温下煤油的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

M_3 ——比重瓶和满瓶煤油合重,单位为克(g);

M_4 ——比重瓶质量,单位为克(g);

M_2 ——比重瓶和满瓶蒸馏水合重,单位为克(g);

d_s ——试验时室温下蒸馏水的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³), $d_s \approx 1 \text{ g/cm}^3$ 。

附 录 B
(资料性附录)
比重瓶的校正

可按试验的不同情况,选择以下任何一种方式校正比重瓶:

- a) 如试验量小,可在每次试验时校正一次,算出瓶水合重;
- b) 如试验量大,可在每年春秋两季,当室温为 20 ℃左右时,各校正一次比重瓶,计算出各温度下的瓶水合重,列表备用。计算按式(B.1):

$$M_2 = \frac{d_{22}(M_2' - M_4)[1 + \epsilon_r(T_2 - T_1)]}{d_{21}} + M_4 \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

M_2 ——在温度 T_2 (计算温度)时的瓶水合重,单位为克(g);

M_2' ——在温度 T_1 (校正温度)时的瓶水合重(M_2' 称量三次,取算术平均值),单位为克(g);

M_4 ——在温度 T_1 时的比重瓶质量(要用蒸馏水将其洗净、烘干并冷却至室温后称量三次,取算术平均值),单位为克(g);

d_{21} ——在温度 T_1 时水的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

d_{22} ——在温度 T_2 时水的密度,单位为克每立方厘米(g/cm³);

ϵ_r ——玻璃胀缩系数, $\epsilon_r = 2.4 \times 10^{-6} \text{ } ^\circ\text{C}^{-1}$ 。

- c) 如试验在恒温条件下进行,在试验温度变化时,比重瓶也应相应地校正一次。

校核：