征。根据试验结果,绘制可选性曲线,对煤炭进行可选性评定。

一、一般规定

浮沉试验是将煤样按 1.30 kg/L、1.40 kg/L、1.50 kg/L、1.60 kg/L、1.70 kg/L、1.80 kg/L、2.00 kg/L 密度分成不同密度级产物。必要时可增加 1.25 kg/L、1.35 kg/L、1.45 kg/L、1.55 kg/L、1.90 kg/L 或 2.10 kg/L 等密度。当小于 1.30 kg/L 密度级产率大于 20% 时,必须增加 1.25k8/L 密度。对无烟煤,可根据具体情况适当减少或增加某一密度级,然后测定各密度级的产率和质量。

二、试验用煤样

浮沉试验用煤样是从筛分试验后各粒级产物中缩取的。特殊情况时,也可以不分级进行浮沉试验。煤样制备应符合 GB/T 474—1996《煤样的制备方法》规定。试验时煤样应处于空气干燥状态。煤样的质量可以根据试验目的不同而有所变化,一般应符合表 2－9 规定。

表 2－9　浮沉试验用煤样最小质量

最大粒度/mm	＞100	100	50	25	13	6	3	0.5
最小质量/kg	150	100	30	15	7.5	4	2	1

三、仪器设备

(1)重液桶:陶瓷缸或用镀锌铁皮、塑料或不锈钢板制成的桶,桶高不低于 600 mm,容积不少于 50 L。

(2)网底桶:用镀锌铁皮或塑料板制成的圆柱形的桶,桶高比重液桶约高 50 mm,直径比重液桶约小 40 mm,桶底是用 0.5 mm 网孔的金属编织的方孔网,上口带有 2 个提把。

(3)密度计:测量范围 1.20～2.20 kg/L,分度值为 0.001 kg/L。

(4)干燥箱:自控温度,带鼓风机。

(5)台(案)秤:见本章第一节。

(6)托盘天平:最大称量为 1 kg,感量 1g。

(7)捞勺:用网孔尺寸为 0.5 mm 金属丝编织方孔网制成。

(8)盘子:用镀锌铁皮、铝板等制成。

(9)煤泥桶 同重液桶。

四、重液的配制

浮沉试验一般选用氯化锌为浮沉介质。如要求重液的密度较高或煤样容易泥化、用氯化锌浮沉介质有困难时,可以采用有机溶液或无毒高密度无机重液。

氯化锌是无机盐,易溶于水,价格低廉,但有腐蚀性,粘度较大。重液配制可参考表 2 – 2。

配分重液后,应测定其密度。方法是 :先用木棒将重液轻轻搅动,待其均匀后取部分重液放入量筒中,将密度计放入,让它自由浮沉,待稳定后读取密度值。如果低于要求的密度,在重液桶中加入高密度重液,如果高于要求的密度,应加水或低密度重液稀释,反复测定,直至达到要求的密度为止。

五、试验步骤(用氯化锌)

(1)将配好的重液(密度值准确到 0.003 kg/L)装入重液桶中,并按密度大小顺序排好。每个桶中重液高度不低于 350 mm,最低的密度重液装在两个重液桶中,其中一个作为每次试验缓冲液使用。

(2)浮沉试验顺序一般是从低密度逐级向高密度进行。若煤样中含有易于泥化的矸石或高密度含量多时,也可先在密度最高的重液内浮沉,捞出的浮物仍按由低密度向高密度顺序进行浮沉。

(3)先将煤样称量,放入网底桶内。每次放入的煤样厚度一般不超过 100 mm,用水冲洗净附在煤块上的煤泥,滤去水后再进行浮沉。收集同一粒级冲洗出的煤泥水,用澄清或过滤方法回收煤泥,然后干燥称量,即为该粒级的浮沉煤泥。

(4)将盛有煤样的网底桶在缓冲液中浸润一下,然后提起斜放在桶边上,滤尽重液,再放入浮沉用的最低密度的重液桶内,用木棒轻轻搅动或将网底桶缓缓地上下移动,然后使其静止分层。分层的时间不少于表 2 – 10 规定。

表 2 – 10　浮沉试验静止分层时间

粒度/ mm	> 25	最小 3	最小 1 ~ 0.5
分层最小时间/min	1 ~ 2	2 ~ 3	3 ~ 5

(5)小心地用捞勺按一定方向捞取浮物,捞取深度不得超过 100 mm,并应注意勿使沉物搅起混入浮物中,待大部分浮物捞出后,再用木棒搅动沉物,然后使其静止分层,仍用上述方法捞取浮物,反复操作直至捞尽为止。

(6)将装有沉物的网底桶慢慢提起,斜放在桶边上滤尽重液,再放入下一个密度的重液桶中,直到该粒级煤样全部逐次按密度由低向高做完为止,最后将沉物倒入盘中。

(7)用水冲净浮物和沉物上残存的氯化锌,然后放入温度不高于 100℃的干燥箱内烘干。干燥后取出冷却,达到空气干燥状态后称量。

六、注意事项

(1)在浮沉试验整个过程中应随时调整重液的密度,确保密度值准确。因为煤样附带有不同密度的重液,很容易使重液密度发生变化,最好每次试验前都用密度计核验重液的密度。

(2)在浮沉试验整个过程中应注意回收氯化锌,注意安全,避免氯化锌与皮肤直接接触,要穿胶鞋,戴口罩、胶皮手套、眼镜和胶皮围裙。有机重液是易挥发的有毒物品,配制重液和试验时,必须在通风橱内进行。

(3)为保证浮沉重液配制与试验准确,浮沉室室温不得低于 20℃。因为室温越低,高密度重液越不易配制。

(4)有条件应尽可能采用热水冲洗残存在各密度级产物上的氯化锌。冲洗时注意勿使煤样损失,尤其是对细粒级煤样要格外小心。

七、分析化验和结果整理

(1)各密度级产物和煤泥应按 GB/T 474—1996《煤样的制备方法》要求分别制成分析煤样。测定水分 M_{ad}、灰分 A_{ad}。当原煤的硫分超过 1.5%时,各密度级产物还要测定全硫 $S_{t,d}$。

(2)浮沉试验前煤样总质量与浮沉试验后各密度级产物质量之和的差值,不得超过浮沉试验前煤样质量的 2%,否则该次试验无效。

(3)以浮沉后各密度级产物质量之和作为 100%,分别计算各密度级产物的产率。

(4)根据数字修约规则,将各密度级产物的产率和灰分修约

到小数点后 2 位。

表 2－11　筛分浮沉试验综合报告表

煤样粒组：50～0.5 mm

煤样名称：　　取样日期：　年　月　日

筛分浮沉 密度级/kg·L⁻¹	50～25 mm			25～13 mm			13～6 mm			6～3 mm			3～0.5 mm			50～0.5 mm		
	产率/%		灰分/%	产率/%		灰分/%	产率/%		灰分/%	产率/%		灰分/%	产率/%		灰分/%	产率/%		灰分/%
	33.029		21.71	24.605		21.63	15.874		22.83	13.238		19.24	8.303		15.94	95.094		21.03
	占本级/%	占全样/%	灰分/%	占本级/%	占全样/%	灰分/%	占本级/%	占全样/%	灰分/%	占本级/%	占全样/%	灰分/%	占本级/%	占全样/%	灰分/%	占本级/%	占全样/%	灰分/%
<1.30	7.67	2.519	4.49	8.65	2.112	4.35	9.35	1.478	2.97	15.51	2.047	2.69	24.17	1.906	2.32	10.69	10.062	3.46
1.30～1.40	52.94	17.380	9.29	46.86	11.437	8.31	43.30	6.847	7.12	38.78	5.117	6.83	33.68	2.656	6.47	46.15	43.437	8.23
1.40～1.50	19.50	6.401	17.03	20.25	4.943	15.92	20.48	3.238	14.77	20.94	2.764	13.65	20.41	1.610	12.72	20.14	18.956	15.50
1.50～1.60	3.63	L191	26.68	5.33	1.301	26.64	6.37	1.007	24.87	6.40	0.844	24.39	6.64	0.524	23.01	5.17	4.867	25.50
1.60～1.70	2.08	0.683	34.92	2.41	0.587	35.11	2.99	0.473	33.67	3.11	0.410	34.05	3.13	0.247	32.07	2.55	2.400	34.28
1.70～1.80	1.36	0.447	44.33	1.67	0.408	43.39	1.85	0.292	42.08	1.92	0.254	42.34	1.62	0.128	39.81	1.62	1.529	42.94
1.80～2.00	I96	0.642	53.46	2.32	0.567	54.57	2.17	0.344	52.32	2.17	0.286	50.88	2.16	0.170	49.94	2.13	2.009	52.91
>2.00	10.86	3.566	8L12	12.51	3.053	79.43	13.49	2.133	79.29	11.17	1.474	78.19	,8.19	0.646	76.99	11.55	10.872	79.64
合计	100.00	32.829	20.74	100.00	24.408	21.69	100.00	15.812	2.59	100.00	13.196	19.19	100.00	7.887	15.90	100.00	94.132	20.50
煤泥	0.61	0.200	17.24	0.80	0.197	18.80	0.39	0.062	21.16	0.65	0.087	21.59	5.01	0.416	17.13	1.01	0.962	8.16
总计	100.00	33.029	20.72	100.00	24.605	21.67	100.00	15.874	21.59	100.00	13.283	19.21	100.00	8.303	15.96	100.00	95.094	20.48

(5)浮沉试验前煤样灰分与试验后各密度级产物灰分的加权平均值的差值，应符合下列规定，否则该次试验无效。

①煤样中最大粒度≥25 mm：

煤样灰分＜20%时，相对差值不得超过 10%，即

$$\left|\frac{A_d-\bar{A}_d}{A_d}\right|\times 100\%\leqslant 10\% \tag{2-6}$$

煤样灰分≥20%时，绝对差值不能超过 2%，即

$$|A_d-\bar{A}_d|\leqslant 2\% \tag{2-7}$$

②煤样中最大粒度 < 25 mm：

煤样灰分 < 15%时，相对差值不得超过 10%，即

$$\left|\frac{A_d - \bar{A}_d}{A_d}\right| \times 100\% \leqslant 10\% \tag{2-8}$$

煤样灰分≥15%时，绝对差值不能超过 1.5%，即

$$|A_d - \bar{A}_d| \leqslant 1.5\% \tag{2-9}$$

式中　A_d——浮沉试验前煤样的灰分，%；

$\bar{A}_d$——浮沉试验后各密度级产物灰分的加权平均值，%。

(6)将各粒级浮沉试验结果填入浮沉试验报告表中(表 2-11)，再将各粒级的浮沉资料汇总出 50~0.5 mm 粒级浮沉试验综合表(表 2-12)，原煤应绘制可选性曲线(图 2-2、图 2-3)。根据要

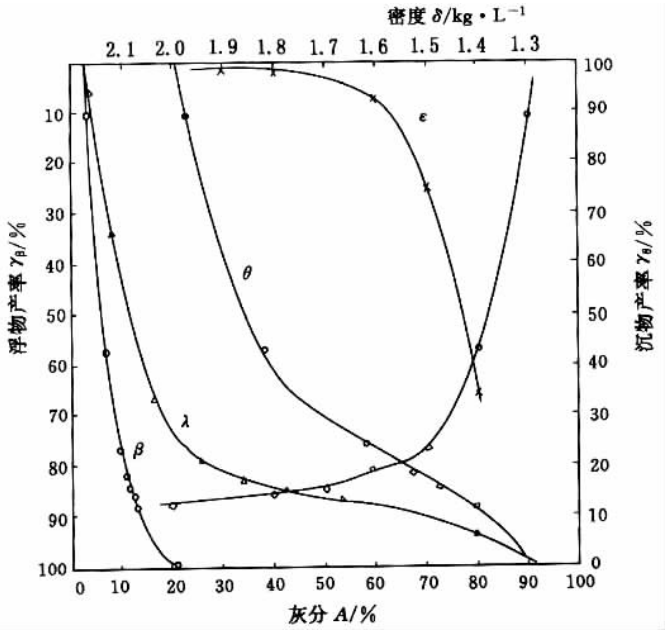


图 2-2　可选性曲线示例(一)

求，也可汇总 50~0 mm 或所需粒级的浮沉试验综合表。

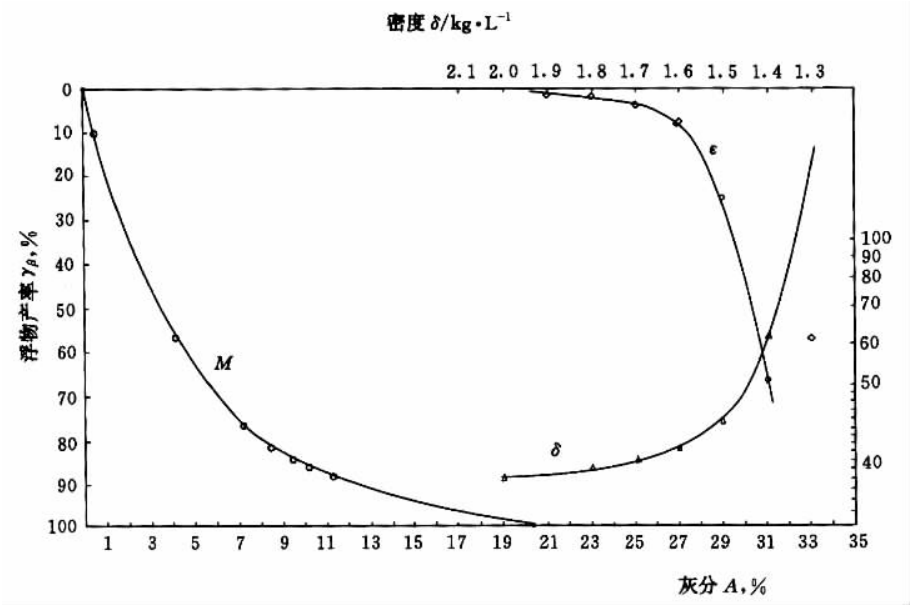


图 2－3　可选性曲线示例(二)

表 2－12　50～0.5 mm 粒级原煤浮沉试验综合表

密度级 /kg·L⁻¹	产率 /%	灰分 /%	累计				分选密度 ±0.1	
			浮物		沉物		密度 /kg·L⁻¹	产率 /%
			产率 /%	灰分 /%	产率 /%	灰分 /%		
<1.30	10.69	3.46	10.69	3.46	100.00	20.50	1.30	56.84
1.30～1.40	46.15	8.23	56.84	7.33	89.31	22.54	1.40	66.29
1.40～1.50	20.14	15.50	76.98	9.47	43.16	37.85	1.50	25.31
1.50～1.60	5.17	25.50	82.15	10.48	23.02	57.40	1.60	7.72
1.60～1.70	2.55	34.28	84.70	11.19	17.85	66.64	1.70	4.17
1.70～1.80	1.62	42.94	86.32	11.79	15.30	72.04	1.80	2.69
1.80～2.00	2.13	52.91	88.45	12.78	13.68	75.48	1.90	2.13
>2.00	11.55	79.64	100.00	20.50	11.55	79.64		
合计	100.00	20.50						

密度级 /kg·L^{-1}	产率 /%	灰分 /%	累计				分选密度 ±0.1	
			浮物		沉物		密度 /kg·L^{-1}	产率 /%
			产率 /%	灰分 /%	产率 /%	灰分 /%		
煤泥	1.01	18.16						
总计	100.00	20.48						

表格中的数据和曲线图为填写表和绘图时参考示例。

煤炭可选性曲线在 200 mm × 200 mm 坐标纸上绘制，包括：

浮物曲线（β）表示煤中浮物累计产率与其平均灰分关系的曲线。

沉物曲线（θ）表示煤中沉物累计产率与其平均灰分关系的曲线。

密度曲线（δ）表示煤中浮物（或沉物）累计产率与密度关系的曲线。

灰分特性曲线（λ）表示煤中浮物（或沉物）产率与其分界灰分关系的曲线。

密度 ±0.1 曲线（ε）表示该密度与其邻近的 ±0.1 密度范围内的产物含量曲线。

也可在 200 mm × 350 mm 坐标纸上绘制迈耶尔曲线 M（代替 β、θ 和 λ 三条曲线）、密度曲线 δ 和密度 ±0.1 曲线 ε，见图 2－3。

第五节　煤粉浮沉试验方法

煤粉浮沉试验通常称之为“小浮沉试验”，它是指对 0.5 mm 以下的煤粉进行的浮沉试验，目的是了解 －0.5 mm 级煤样各密度的产率和特征，根据试验资料可以评价煤泥（粉）的可选性。把 －0.5 mm 和 +0.5 mm 浮沉资料综合在一起，作为评价原煤可选性的资料。

尽管煤泥浮选的理论基础是煤和矸石表面存在物理化学性质差异，但煤的密度与矿物杂质含量几乎成正比的关系，密度越高，矿物杂质含量越多，可以认为可浮性与煤的密度是一种正相关关系。

一、一般规定

（1）试验的密度级同煤炭浮沉试验。

(2)采用的重液及配制同煤炭浮沉试验。配制氯化锌重液时,应经真空过滤滤去杂质。

(3)煤粉浮沉试验应在离心力场中进行。

二、设备与仪器

(1)离心机:转速 3000r/min,离心管 4×250mL。

(2)真空泵:极限真空度 0.05Pa。

(3)恒温箱:调温范围 50℃~200℃。

(4)分析天平:最大称量 100g,感量 1mg。

(5)密度计:测量范围 1.20~2.20 kg/L,分度值为 0.001 kg/L。

(6)棋格盘:镀锌铁皮制成 200 mm×200 mm。

(7)玻璃器皿:烧杯、量筒、干燥器、洗瓶、滴瓶、下口瓶、漏斗等。

三、试验用煤样

煤样应是空气干燥状态,质量不得少于 200g。如某密度产物不能满足化验时,该密度级应增做一次浮沉试验。缩分称取煤样 4 份,每份 15g,称准到 0.001g。

四、试验准备

(1)组装过滤系统,如图 2-4 所示。

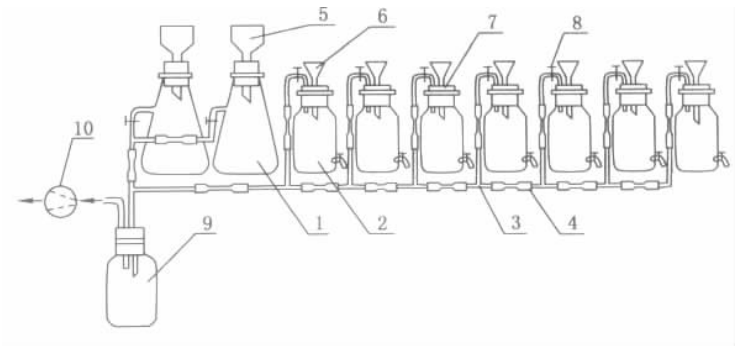


图 2-4　过滤系统组装示意图

1-过滤瓶;2-下口瓶;3-T形三通玻璃管;4-橡胶管;5-布氏漏斗;

6-短颈漏斗;7-橡胶塞;8-两通活塞;9-气液分离瓶;10-真空泵

(2)称量滤纸:滤纸先在恒温箱内烘干,取出后冷却至室温,称量(称准到 0.001g)并把

质量写在滤纸的外侧边上。

(3)配制浓度小于 10%的盐酸,倒入滴瓶内备用。

五、用氯化锌重液试验步骤

(1)校验已配制好的各级重液的密度,密度值准确到 0.003 kg/L。

(2)将称量好的 4 份煤样分别倒入 4 个离心管内,并加入少量密度为 1.300 kg/L 的重液,用玻璃棒充分搅拌,使煤样完全湿润。然后倒入同一密度的重液,边倒边搅拌,同时冲洗净玻璃棒和离心管壁上的煤粒,直至液面的高度为离心管高度的 85%为止。

(3)把互相对称的二对离心管连同金属套管分别放在托盘天平上,在较轻的一端倒入相应密度的重液,直至两边质量相等,然后分别置于离心机的对称位置上。

(4)启动离心机,使转速平稳上升,在达到 2000r/min 时开始计时。

(5)12min 后,切断离心机电源,让其自行停止,待离心机停稳后,打开盖子,小心取出离心管置于离心管架子上。

(6)分离浮沉产物时先用玻璃棒沿离心管壁拨动一下浮物的表面,然后仔细而又迅速地将浮物倒入同一烧杯内。用热水冲洗净或用毛管刷刷净管壁上粘着的浮物,但勿使沉物冲下。

(7)在存有沉物的离心管内加入密度为 1.400 kg/L 的重液,按上述(2)~(6)条规定的方法进行离心分离。其他密度依此类推,直至做到密度为 2.000 kg/L 的重液为止。

(8)在布氏漏斗内铺上滤纸,加水湿润。开动真空泵将滤纸抽紧,把烧杯内的浮物倒入布氏漏斗内过滤,回收重液,用热水冲洗净烧杯。回收的重液经过滤、浓缩后重新使用。

(9)取下布氏漏斗,用热水把滤纸上的浮物冲洗在原烧杯内。滴入已配好的稀盐酸,边滴边搅拌,直至白色沉淀消失呈微酸性为止。

(10)将预先称量好的滤纸折叠成锥形放在玻璃漏斗上,加水润湿滤纸,打开两通活塞将滤纸抽紧,然后把浮物小心地倒入漏斗内过滤,同时用热水冲洗烧杯,直至冲净为止。各密度级浮物都按上述(8)~(9)及本条规定方法处理。

(11)将离心管内大于 2.000 kg/L 密度的沉物用热水冲洗在烧杯内,滴入稀盐酸,再按上述(10)条规定的方法进行冲洗过滤。

(12)将各密度级产物连同滤纸从漏斗上取下,放在棋格盘上。在(75±5)℃的恒温箱

内烘干，达到空气干燥状态，然后在天平上称量，称准到0.001g，减去滤纸质量，即为各密度级产物质量。

六、用无毒高密度无机重液试验步骤

(1)同五(1)～(8)。

(2)将预先称量好的滤纸折叠成锥形放在玻璃漏斗上，加水润湿滤纸，打开两通活塞将滤纸抽紧，然后把浮物小心地倒入漏斗内过滤同时用水冲洗烧杯，直至冲净为止。各密度级浮物都按五(8)条和本条规定的方法处理。

(3)最后将离心管内大于2.000 kg/L密度的沉物用水冲洗在烧杯内，按上述(2)条规定方法进行过滤。

(4)同五(12)。

七、用有机重液试验步骤

(1)同五(1)～(5)。

(2)分离浮沉产物时先用玻璃棒沿离心管壁拨动一下浮物的表面，然后仔细而又迅速地将浮物倒入同一烧杯内，用毛管刷刷净管壁上粘着的浮物。

(3)在存有沉物的离心管内加入密度为1.400 kg/L的重液。按五(2)～(5)条和七(2)条规定的方法进行离心分离，其他密度依次类推，直至加入密度为2.000 kg/L的重液为止。

(4)在漏斗内铺上滤纸，把烧杯内的浮物倒入漏斗内，过滤并回收重液。

(5)最后将离心管内大于2.000 kg/L密度的沉物倒在铺有滤纸的漏斗内，然后过滤回收重液。

(6)同五(12)。

八、注意事项

(1)一般煤样尽可能采用氯化锌重液进行浮沉试验，除非是煤化程度低、易于泥化的煤无法采用氯化锌重液才采用有机重液。

(2)浮沉试验整个过程应注意回收重液。使用氯化锌重液要注意人体防护，以免腐蚀皮肤或伤害眼睛。

(3)使用有机重液一定要在通风橱内进行。同时要戴口罩、手套,防止中毒。

(4)使用离心机要注意安全。离心机对称位置离心管质量应相等,离心机启动时转速一定要平稳上升,切断电源后等停稳后再打开盖。

(5)使用稀盐酸冲洗,切忌过量,氢氧化锌白色沉淀消失,呈微酸性即可。

(6)试验整个过程中要防止煤样损失。

九、试验结果整理

(1)把各密度级产物制成分析煤样,测定水分 Mad、灰分 Aaa,计算 Ad。

(2)浮沉前煤样总质量与浮沉后各密度级产物质量之和的差值,不得超过浮沉前煤样质量的 2.5%,否则该次试验无效。

(3)浮沉后各密度级产物质量之和作为 100%,分别计算各密度级产物的产率。取小数点后 3 位,修约至小数点后 2 位。

(4)浮沉前煤样灰分与浮沉后各密度级产物灰分加权平均值的差值应符合下列规定:

①煤样灰分 < 20%时,相对差值不得超过 10%,即

$$\left|\frac{A_d-\bar{A}_d}{A_d}\right|\times 100\% \leqslant 10\% \tag{2-10}$$

②煤样灰分在 20% ~ 30%之间,绝对差值不得超过 2%,即

$$|A_d-\bar{A}_d| \leqslant 2\% \tag{2-11}$$

⑧煤样灰分 > 30%时,绝对差值不得超过 3%,即

$$|A_d-\bar{A}_d| \leqslant 3\% \tag{2-12}$$

式中　A_d——浮沉前煤样灰分,%;

$\bar{A}_d$——浮沉后各密度级产物的加权平均灰分,%。

(5)填写煤粉浮沉试验报告表,报告表格式同煤炭浮沉试验报告表。

第六节　煤炭快速浮沉试验方法

煤炭快速浮沉试验的目的在于及时掌握入选原料煤的可选性和选煤产品(或产物)的密度组成,以便控制和指导选煤生产。

一、一般规定

(1)重液：试验用重液采用氯化锌水溶液，其密度一个相当于精煤的分选密度，另一个相当于矸石的分选密度。重液配制同本章第一节三。

(2)煤样：试验用煤样的采取、制备及最小质量见第一章第三节和第六节六。煤样不分级进行浮沉试验，同时在湿的状态下试验和称量。

二、试验步骤

(1)用密度计(分度值为 0.02 kg/L)校验重液的密度。校验方法同本章第四节四。

(2)把快速浮沉试验用煤样放在网底桶中脱泥，滤尽水后，将盛有煤样的网底桶在缓冲液中浸润一下，然后提起斜放在桶边，滤尽重液，再放入低密度重液桶中，用木棒轻轻搅动或将网底桶缓缓地上下移动，使煤粒松散，静止片刻。

(3)用捞勺沿同一方向捞取浮物，将浮物放入带有网底的小盘中。捞取浮物的深度不得超过 100 mm，以免搅起沉物。待把大部分浮物捞出后再上下移动网底桶，使夹杂在沉物中的浮物再浮出来，然后仍用上述方法捞取浮物，反复操作直至全部浮物捞尽为止。

(4)将装有沉物的网底桶慢慢提起，斜放在桶边上滤尽重液，再把它放入高密度重液桶中，重复在低密度重液桶中的操作过程。最后将沉物倒入网底盘中。

(5)滤去两个浮物和高密度重液中沉物所带重液，用水冲洗净表面残存氯化锌后称量。

(6)选煤产品(产物)浮沉不需脱泥。

(7)只做一级浮沉时，浮沉前煤样先称量。

三、注意事项

(1)快速浮沉试验煤样是湿的，因此重液中难免会带入部分水使重液密度变化，所以应经常校验重液的密度。

(2)选煤产品(产物)进行快速浮沉前不需要脱泥，因此重液中难免会带入一些小于 0.5 mm 的煤泥，－0.5 mm 的煤泥在重液中会改变重液密度，因此要经常清除重液桶中－0.5 mm 的煤泥。

(3)快速浮沉试验全过程中要注意氯化锌溶液的回收。要注意人身防护，以免腐蚀皮

肤或伤害眼睛。

(4)煤样称量是在湿的状态下进行的,因此要将水分控干净,以免影响试验结果。

四、结果整理

(1)以浮沉后三个密度级产物质量之和作为 100%,分别计算各密度级产物的产率。

(2)只做一级浮沉时,以浮沉前煤样质量作为 100%,计算浮起物的产率。

(3)根据数值修约规则,将各密度级产物的产率修约到小数点后 1 位。

第七节　煤的抗碎强度、堆密度和磁性物含量的测定

一、抗碎强度

煤的抗碎强度表示一定粒度的煤样自由落下后抗破碎的能力。它与所选用的滚筒碎选机有关,是筛选厂、选煤厂设计时所用筛孔数据的参考。

1. 方法要点

将粒度 60 ~ 100 mm 的块煤,从 2m 高处自由落下到大于 16 mm 厚度的钢板上,然后将落下的煤中 + 25 mm 的块煤再次落下,共 3 次,以破碎后 + 25 mm 的块煤占原煤样质量的百分数表示煤的抗碎强度。

2. 试验设备

(1)台秤:最大称量 10 kg,感量 0.005 kg。

(2)方孔筛:孔径为 100 mm、60 mm、25 mm。

(3)试验架:钢板厚度不小于 15 mm,长 1200 mm,宽 900 mm,四周木框高度 200 mm,直立 2m 的标记杆。

3. 煤样

按采样标准采集具有代表性的块煤,粒度为 60 ~ 100 mm,并干燥至空气干燥状态。

4. 测定步骤

(1)选取两份粒度、形状、层理类似的煤样,每份 10 块,称量,两份质量应尽可能接近。

(2)在试验架 2m 高处使煤样逐块自由落下到钢板上。10 块煤逐块落下后,筛出大于 25 mm 的块煤,再进行第二次、第三次自由落下并筛分,称量大于 25 mm 块煤,准确到 0.005 kg。

5. 测定结果

(1)抗碎强度按式(2 – 13)计算:

$$SS = \frac{m_1}{m} \times 100\% \tag{2-13}$$

式中　SS——抗碎强度,%;

m_1——试验后大于 25 mm 块煤质量,kg;

m——试验前块煤的质量,kg。

(2)计算重复试验结果的平均值,修约到小数后一位。

(3)两次重复试验结果的差值不得超过 10%。

二、煤的堆密度测定

堆密度又叫散密度,是单位体积自然松散状态下的煤的质量(t/m3)。在煤仓的设计、煤堆质量的估算和运输量的计算时都需要此项指标。

测定煤的堆密度可用大容器,也可用小容器测定。大容器是指至少可容 3t 煤样的方形容器,如货车或翻斗车。小容器是指容积为 0.200m3,内边长为 585 mm 的正方体容器。所用容器越大,准确性越好,但工作量也大。对粒度小于 150 mm 的煤可用小容器测定。

方法要点是,将煤样小心地装入已知质量和容积的容器中,称量,计算堆密度。

1. 小容器测定煤的堆密度

用最大量程为 500 kg 台秤称量小容器,称准至 0.5 kg。用铁锹小心地把煤样装入容器中,煤样落下高度应尽可能小,最大不能超过 0.6m。煤样装至高出容器顶面约 100 mm,用硬直板条将高出容器的煤样刮去,使煤样面与容器顶部平齐。称量装有煤样的容器。再按上述步骤进行重复测定。

按 GB/T 475《商品煤样采取方法》规定采取全水分样并按 GB/T 211—1996《煤中全水分的测定方法》规定测定全水分。

堆密度按式(2－14)、式(2－15)计算：

$$D_{s,ar} = \frac{m_1 - m_0}{V} \tag{2-14}$$

$$D_{s,d} = \frac{m_1 - m_0}{V} \times \frac{100 - M_1}{100} \tag{2-15}$$

式中　$D_{s,ar}$——收到基煤炭堆密度，t/m³；

$D_{s,d}$——干基煤炭堆密度，t/m³；

m_1——装有煤样的容器质量，kg；

m_0——容器的质量，kg；

V——容器的体积，m³；

M_t——煤样全水分，%。

取重复测定结果算术平均值修约到小数点后2位报出。

重复性：0.03t/m³。

2. 大容器测定煤的堆密度

用轨道衡或地磅称量货车或翻斗车，准确到质量0.2%。计算容器容积，准确到1%。小心地将煤样装于容器中，煤样表面整体高出容器顶面约150 mm时，用硬直板条和铁锹将煤样平整至与容器顶面齐平。称量装有煤样的容器。

用该容器或另一个相近容积的容器对另一部分煤样按上述步骤进行重复测定。

按GB/T 475—1996《商品煤样采取方法》规定采取全水分样并按GB/T 211—1996《煤中全水分的测定方法》规定测定全水分。

堆密度按式(2－16)、式(2－17)计算：

$$D_{1,ar} = \frac{m_1 - m_0}{V} \tag{2-16}$$

$$D_{1,d} = \frac{m_1 - m_0}{V} \times \frac{100 - M_1}{100} \tag{2-17}$$

式中　$D_{1,ar}$——收到基煤炭堆密度，t/m³；

$D_{1,d}$——干基煤炭堆密度，t/m³；

m_0——容器的质量，t；

m_1——装有煤样容器的质量，t；

V——容器的体积，m^3；

M_t——煤样全水分，%。

取重复测定结果的算术平均值修约到小数点后 2 位报出。

报告应注明测定地点、容器名称及其容积、装煤方式、煤炭粒级和煤种。

重复性：0.04t/m^3。

三、磁性物含量的测定

一般重介质选煤用磁铁矿粉作为加重质。对磁铁矿粉中磁性物含量、悬浮液中磁铁矿含量、分选产品(产物)中磁性物的损失及尾矿中磁性物含量都需要测定。实验室通常采用磁选管测定磁性物含量。

1. 试验主要设备

磁选管构造如图 2－5 所示。磁选管主要由玻璃管和管外的一对“C”字形电磁铁构成。电磁铁电流强度可用变阻器调节。激磁直流电压一般为 70V，电流为 2.5A，最高磁场强度可达 160～240kA/m。玻璃管直径为 40～100 mm，与水平面成 45°角。玻璃管由传动装置带动作上下移动和转动。玻璃管下端呈圆锥形，出口很细，上端有一个给水支管。

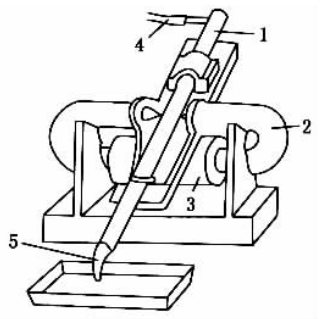


图 2－5　磁选管结构示意图

1－下班管；2－铁心；3－线圈；

4－给水管；5－尾矿管

2. 试验步骤

(1)称取 20g(称准到 0.01g)磁铁矿粉或称取粒度为 1 mm 以下的待测试样 50g(称准到 0.01g)置于 500mL 烧杯中，滴加 5～6 滴酒精，充分浸润。再加入适量清水，用玻璃棒搅拌，使其充分润湿和分散。

(2)调整好磁选管,开动传动装置,使玻璃管上下移动并转动,将清水加入磁选玻璃管中,调节给水和尾矿管排水量,使水位稳定在磁力点上 100 mm 左右。接通直流电源,按仪器使用方法将仪器调至待用状态。

(3)缓慢将搅拌均匀的矿浆从给料漏斗给入磁选玻璃管内,并注意保持水位高度。给完后将粘附在烧杯、漏斗和玻璃棒上的物料全部冲洗到玻璃管内。此时,磁性物粘附在磁极相对的玻璃管上,非磁性物随水一起从尾矿管排出。待磁选玻璃管内尾矿全部清洗干净,玻璃管内的水不混浊时,夹住尾矿管,同时停止给水。

(4)切断电源,打开尾矿管夹子,接取磁性物,并用水将玻璃管壁的磁性物全部冲洗到 500mL 的烧杯中。

(5)将磁性物和非磁性物分别沉淀、过滤后,放在 105℃ ~ 110℃ 的烘箱内烘干(约 30min),冷却至室温称量(称准到 0.01g)。

3. 结果计算

(1)按式(2 - 18)计算磁性物含量:

$$m_c = \frac{m_2}{m_1} \times 100\% \tag{2-18}$$

式中　m_c——磁性物含量,%;

m_1——试样质量,g;

m_2——磁性物质量,g。

(2)测定最大允许差见表 2 - 13。

表 2 - 13　磁性物平行测定允许差

磁性物含量/%	≤1	>1 ~ 5	>5
最大允许差/%	±0.05	±0.10	±0.50

第八节　煤和矸石的泥化试验

煤的泥化包括原煤在加工过程中再粉碎时产生的次生煤泥以及矸石和夹矸煤在加工中的泥化特性,它对煤泥水处理有很大影响。

泥化试验有转筒法和安德瑞逊法。转筒法的试样是原煤，安氏法的试样是 6 ~ 3 mm 的沉矸。

一、转筒法

1. 方法要点

将试样和水一起置于转筒中，翻转一定时间，然后测定其粉碎程度及其所产生的微细颗粒的特性，同时观察煤泥水的特性。

2. 煤样

煤样取自粒度级为 100 ~ 13.2 mm、质量为 150 kg 的生产煤样，注明煤样名称、采样日期，并将该煤层的顶、底板和夹石特征记录下来。

3. 主要设备和工具

(1)转筒泥化试验装置(图 2 - 6)　转筒为钢制，容积 200L，高 1m，翻转速度 20r/min。

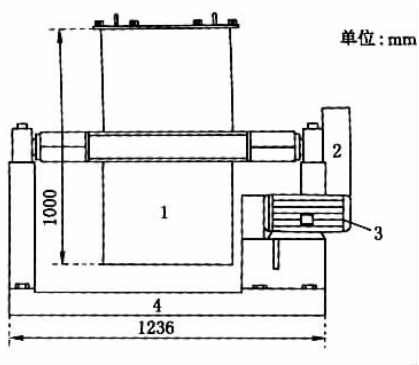


图 2 - 6 转筒泥化试验装置示意图

1 - 转筒；2 - 变速装置；3 - 电动机；4 - 底座

(2)试验筛：选用的试验筛应符合 GB 6003—85《试验筛》、GB 6004—85《试验筛用金属丝编织方孔网》和 GB 6005—85《试验筛　金属丝编织网、穿孔板和电成型薄板筛孔的基本尺寸》的规定，筛孔孔径分别为 100 mm；13.2 mm、500 μm、45 μm。

(3)干燥箱：自动控温带鼓风。

(4)台(案)秤：最大称量 100 kg，感量为 0.05 kg。

4. 试验准备

(1)试验前把煤样干燥至空气干燥状态，然后缩制出 4 份质量均为(25 ± 0.5) kg 煤

样，分别置于铁簸箕中称量（准确到 0.05 kg）。缩制和称量煤样时，应使用间距为 13.2 mm 的铁叉子。缩制过程中产生的末煤，按比例均摊到 4 份煤样中参与泥化试验。

（2）将转筒和所用器具刷洗干净，备用。

5. 试验步骤

（1）在转筒中放入 1 份煤样，再加入 100 kg 水。

（2）将转筒盖盖紧，然后开始翻转，进行试验。4 份煤样的翻转时间分别为 5min、15min、25min 和 30min。

（3）翻转结束后，将筒内煤样倒出过筛，分成 > 13.2 mm、13.2 mm ~ 500 μm、500 ~ 45 μm 和 < 45 μm 四个产品。筛分时喷水保证筛分完全。

（4）在试验中，观察记录煤泥水的沉降快慢、粘性大小和细煤泥透筛的难易等情况。对煤样和试验过程中的其他特殊情况也应注意观察和记录，例如煤样中有无极易泥化碎裂的煤块或矸石等。

（5）将各粒度级产品烘干至空气干燥状态称量（准确到 0.05 kg）。

（6）测定 < 45 μm 细煤泥干基灰分。

6. 入选原料煤的次生煤泥量

入选原料煤的次生煤泥量可按照此法测定，试样总量为 100 kg。

7. 试验结果的整理

（1）泥化试验前煤样总质量与泥化试验后各粒级产物质量之和的差值，不得超过试验前煤样质量的 3%，否则该次试验无效。

（2）以泥化试验后各粒级产物质量之和作为 100%，分别计算各粒级产物的产率。

（3）将试验结果和观察记录填入“转筒泥化试验结果汇总表”，如表 2 - 14 所示。

二、安德瑞逊法

1. 方法原理

矸石先过筛，制备成 5.6 ~ 2.8 mm 粒级的试样，干燥后的试样置入翻转瓶中加水搅拌。对所形成的悬浮液用孔径 500 μm 的试验筛进行筛分，筛上物干燥称量。最后用沉降法测定 10 μm 以下的细泥含量。

2. 用水

试验用水为蒸馏水或符合饮用的自来水。

3. 仪器设备

(1)试验筛：筛孔尺寸 5.6 mm、2.8 mm、1.0 mm 和 500 μm。试验筛应符合 GB 6003—85《试验筛》的规定。

(2)矸石泥化试验装置(图 2－7)翻转速度为 40 r/min。

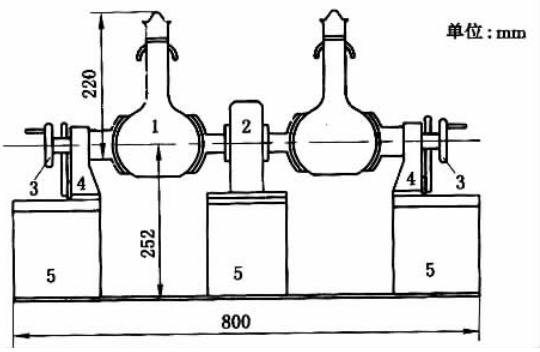


图 2－7　矸石泥化试验翻转装置示意图

1－洗瓶；2－传动装置；3－手轮；4－支座；5－底座

表 2－14　转筒泥化试验结果汇总表

试样名称

试样粒度　　mm

试样质量　　(kg)(1)；　　(2)，　　(3)，　　(4)

试验日期　　年　月　日

序号	翻转时间/min	产率/%					<0.45 mm 细泥灰分/A_d/%
		>13.2 mm	13.2 mm ~ 500 μm	500 ~ 45 μm	<45μm	小计	
1	5						
2	15						
3	25						
4	30						
5							
6							
观察结果							
顶底板和夹石特征							

试验者_____

(3)恒温水槽 圆形,直径为 300 mm,高 300 mm,用有机玻璃或不锈钢制成。

(4)改制型安氏(Andreasen)沉降装置(图 2－8)。

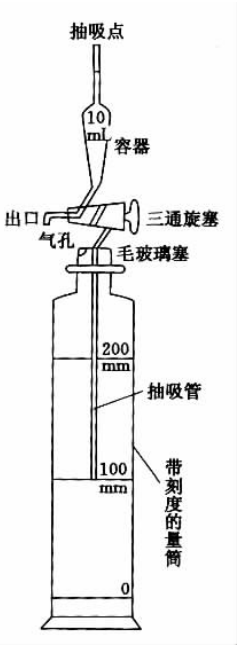


图 2－8　改制型安氏沉降装置

4. 取样及试样制备

若物料足够,可取 1 kg5.6～2.8 mm 粒级的代表性试样。如物料量不足,可将大粒度矸石破碎后的 5.6～2.8 mm 粒级物料加入原物料的试样中。若采用上述方法,物料量仍然不足,也可以取 5.6～1.0 mm 粒级代替。取样细则应列入试验报告。

试样应从每一煤层的顶板、底板及夹石中采取,要具有代表性。

通过吹风机轻轻脱除试样中的粉末,把试样晾至空气干燥状态,然后将试样封存在密闭容器中以备使用。

5. 试验步骤

(1)测定试样的初始水分

按照 GB/T 211—1996《煤中全水分的测定方法》规定测定空气干燥试样的全水分。

(2)试样搅拌

取空气干燥试样 100 g(准确到 0.01 g),置于洗瓶中,加 500 mL 水。盖严后装到翻转

装置(图 2－7)上,使其绕横轴翻转,转速为 40 r/min,翻转时间 30 min。

(3)悬浮液过筛

将漏斗置于量筒上,然后在漏斗上放置孔径 0.500 mm 试验筛。将搅拌后的悬浮液倒入筛面上,使固体颗粒在筛面上均匀分布。用洗瓶以 250 mL 水冲洗洗瓶及筛面。

将筛子由漏斗取出，放入盘子并置于干燥箱，在 105℃～110℃的温度下烘干 1h。然后取出盘子，将烘干的试样从筛面上刷入一个已知质量的容器内，放入干燥箱，烘干至恒重，再放入干燥器中冷却，称重（准确到 0．01 g)。

(4) 细泥的处理

筛上物烘干的同时，用 100mL 水冲洗漏斗，将粘附在漏斗上的细泥冲入量筒，向量筒中加水至容积为 1 L 后，放入恒温槽。

(5) 水的制备

试验用水置于一个容量超过 2 L 的小瓶中，连同沉降装置（图 2－7）一并放入温度已达到平衡的恒温槽中（温差不超过 ±0．2℃)，以后各试验中用水均使用此槽的水。

(6) 悬浮液浓度调节

按照结果计算（1）中的方法计算试样通过 500 μm 试验筛后的筛下物百分数，必要时以筛上物的质量为依据。根据计算结果及试样的质量，得出悬浮液的固体含量。如果悬浮液的固体含量不超过 20 g/L 就可以直接用于做沉降试验，否则就需要将量筒翻转 6 次加以搅拌，然后将一定量的悬浮液刷入第二个量筒，并加水稀释。稀释后将量筒置于恒温水槽中备用。

注　悬浮液中的固体含量应调节到颗粒能相互无干扰的自由沉降为准。如果第一个量筒中悬浮液含 E g 固体，则转入第二个量筒中悬浮液量不得超过$\frac{2.0\times10^4}{E}$mL。

(7) 沉降时间的测定

额定粒度 10 μm 的固体颗粒沉降 100 mm 所需时间 t（s）用式（2－19）计算：

$$t = 1.223\times10^6\eta \qquad (2-19)$$

式中　η——水在试验温度下的动力粘度，N·s/m^2（或 Pa·s)。

沉降时间也可根据表 2－15 用内插法求得。

表 2－15　不同水温时的沉降时间

温度/℃	时　间		温度/℃	时　间	
	/min	/s		/min	/s
10	26	35	25	18	10
15	23	10	30	16	15
20	20	25			

（8）以沉降法测定额定粒度小于 10 μm 颗粒（细泥）的百分数搅拌量筒内的悬浮液，量筒翻转 6 次，将摇匀后的悬浮液倒入安氏沉降装置至 200mm 刻度处，装上抽吸管后将沉降装置放入恒温槽内。待装置温度与恒温槽温度平衡后，再由槽内取出。用手指堵住气孔，带着抽吸管翻转 6 次，将悬浮液摇匀，随即放入恒温槽中，开始计时，在无振动的条件下进行沉降。到预先计算好的沉降时间 t 后，旋转三通旋塞将容器与抽吸管接通，并在抽吸点处进行平衡抽吸 25～30 s。

打开三通旋塞使 10 mL 悬浮液通过出口进入已知质量的蒸发皿中，用 12 mL 水冲洗容器，冲洗水也倒入蒸发皿中蒸干。蒸干后再放入 105℃～110℃干燥箱内烘干，取出后放入干燥器冷却，称量（准确到 0．0001 g）。

细泥百分数测定结果的检验：抽出 10 mL 试样后立即将装置内剩余的悬浮液摇匀，然后计时，重复上述试验方法，沉降时间按式（2－20）计算，因已抽出一部分试样，需要对 h 值进行适当校正。

$$t = \frac{18\ h\eta}{gD^2\ (\rho_1 - \rho_2)} \tag{2-20}$$

式中　t——分散球形颗粒沉降时间，s；

h——抽取悬浮液的深度，m；

η——试验时水的动力粘度，$N \cdot s/m^2$；

g——重力加速度，$9.8 m/s^2$；

D——颗粒粒度，10^{-6}m；

ρ_1——颗粒密度，2500 kg/m^3；

ρ_2——液体密度，1000 kg/m^3。

6．结果计算

（1）物料过 500 μm 试验筛后的筛下物干基质量百分数 T（%）按式（2－21）计算：

$$T = 100\left[1 - \frac{100\ R}{(100 - M_t)}\right] \tag{2-21}$$

式中　R——筛上物干基质量，g；

W——空气干燥试样质量，g；

M_t——试样的初始水分，%。

（2）额定粒度 10 μm 以下的细泥百分数 S：

①不需加水稀释

$$S = \frac{10^4 m}{W\ (100 - M_t)} \tag{2-22}$$

式中　S——试样中 －10 μm 级固体颗粒的干基质量百分数，%；

m——沉降试验结束后，被抽走的 10 mL 悬浮液带走的固体颗粒干基质量，g；

其余符号同上。

②需要加水稀释

$$S = \frac{10^7 m}{VW\ (100 - M_t)} \tag{2-23}$$

式中　V——由第一个量筒倒入第二个量筒的悬浮液体积，mL；其余符号同上。

（3）500 μm 试验筛筛下物中的细泥（－10 μm）百分数 N：

$$N = \frac{100\ S}{T} \tag{2-24}$$

式中　N——500 μm 试验筛筛下物中细泥干基质量百分数，%；其余符号同上。

7．试验误差

重复性：相对误差不得超过 5%。

再现性：相对误差不得超过 10%。

8．试验报告

泥化程度试验报告

A　试样标识/历史背景

B　试验条件（Ⅰ）沉降温度；

（Ⅱ）沉降时间；

（Ⅲ）稀释体积；

（Ⅳ）测细泥百分数采用的沉降方法，改良后的安氏沉降装置/其他。

C　试验结果如表 2－16 所示。

表 2－16

项　目		第一次试验	重复试验	平均值
产率/%	>500 μm			
	500～10 μm			
	<10 μm			
泥化比/%				
试样水分 M_{ad}/%				

D　矸石或页岩的初始水分。

E　试样中是否含有不属于 5．6～2．8mm 级非自然存在的其他物料，有则注明。

第九节　商品煤含矸率和块煤限下率的测定

一、定义

（1）矸石：采掘煤炭过程中从顶底板和煤层混入煤中的岩石。

（2）含矸率：煤中粒度大于 50 mm 的矸石质量百分数。

（3）限下率：筛土产品中粒度小于规定粒度下限部分的质量百分数。

二、方法提要

煤样用孔径为 50 mm 或孔径与产品粒级下限尺寸相同的筛子进行筛分，根据筛上物中矸石质量或筛下物质量，求出煤的含矸率或限下率。

三、工具

采样工具符合第一章第二节商品煤样的采取中采样工具的规定。筛分用的筛子应符

合本章第一节选煤试验方法的一般规定中的有关规定。称量用的台秤最大称量为 500 kg、100 kg、50 kg、20 kg、5 kg 和 1 kg 各 1 台，感量为最大称量的 1/1000。

四、煤样采取

商品煤含矸率和块煤限下率煤样按商品煤样采取方法在煤流或运输工具顶部煤中采取，并确定采样单元、子样数目、子样质量及子样分布等。在运输工具顶部煤中采样时，粒度大于 150 mm 的煤块（包括矸石、黄铁矿，下同），无论其含量是否超过 5%，在采样点遇到时都应采入。在煤堆上不采取含矸率和限下率煤样。

五、商品煤含矸率的测定

煤样用孔径为 50 mm 的圆孔筛，按本章第二节煤炭筛分试验方法进行有关筛分试验，拣出筛上物的全部矸石（包括黄铁矿）。用相应的秤称量矸石、筛上块煤和筛下物质量，准确到最大称量的 1/1000。按式（2－25）计算含矸率：

$$RC = \frac{m_1}{m_1 + m_2 + m_3} \times 100\% \tag{2-25}$$

式中　RC——含矸率，%；

m_1——矸石质量，kg；

m_2——筛上块煤质量，kg；

m_3——筛下物质量，kg。

六、块煤限下率测定

煤样用孔径与产品粒级下限相同的筛子过筛，用相应的秤称量全部筛上物和筛下物，准确到最大称量的 1/1000，按式（2－26）计算限下率：

$$VF = \frac{m_1}{m_1 + m_2} \times 100\% \tag{2-26}$$

式中　VF——块煤限下率，%；

m_1——规定粒度的筛下物质量，kg；

m_2——规定粒度的筛上物质量，kg。

第十节　分步释放浮选试验

分步释放浮选试验是在实验室通过一次粗选、多次精选的方法，将煤粉（泥）按其可浮性分成灰分不同的若干部分。试验结果是评价浮选工艺效果的依据。该试验适用于粒度小于 500 μm 的烟煤和无烟煤。

一、煤样

采用选煤厂浮选入料进行试验时，必须在正常生产条件下采取未添加任何浮选药剂的浮选入料。一般每小时采 1 次，至少采 8 次，采样总量为 2 ~ 3kg < 0．5mm 干煤泥。也可从生产煤样、煤层煤样、煤心煤样中缩取。

二、设备、器具和浮选剂

1．浮选机

浮选槽容积 1．5 L，结构要求见图 2－9、图 2－10、图 2－11、图 2－12。

2．微量注射器

容量 0．25 mL，分度值 0．01 mL。

3．微量进样器

容量 0．025 mL，分度值 0．0005 mL。

4．捕收剂

正十二烷（化学试剂）$C_{12}H_{26}$。

5．起泡剂

仲辛醇（化学试剂）$C_8H_{17}OH$。

三、试验条件

（1）固定条件。

（2）试验用水：自来水。

（3）煤浆温度：20℃ ± 10℃。

（4）浮选机叶轮转速：（1800 ± 10）r/min。

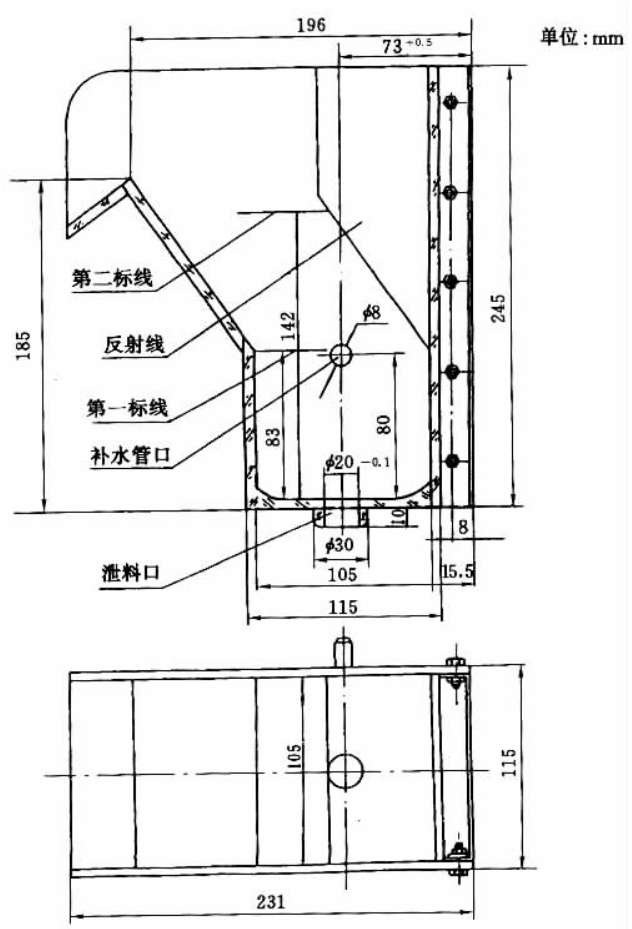


图 2－9　**浮选槽**

(5) 刮泡器转速：30r/min。

(6) 煤浆与捕收剂搅拌时间：2min。

四、选择条件

捕收剂：正十二烷，用量 800 g/t，1000 g/t，1200 g/t。

起泡剂：仲辛醇，用量 80 g/t，100 g/t，120 g/t。

煤浆浓度：60 g/L，80 g/L，100 g/L。

浮选机单位面积充气量 0．15m^3/（m^2·min），0．20m^3/（m^2·min），0．25m^3/（m^2·min）。

用四因素三水平正交设计 ［L_9（3）^{4}］**（见表** 2－17）**进行九次试验，选择在精煤灰分符合要求条件下，按浮选设备工艺效果评定指标浮选完善指标** η_{wf}**最高值的试验条件**

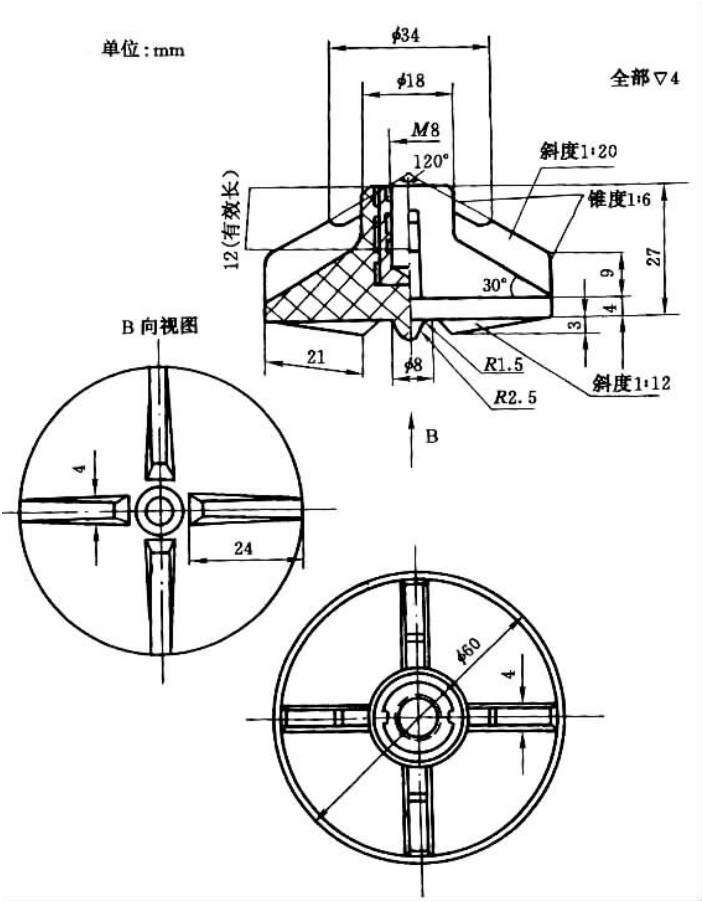


图 2－10　叶轮

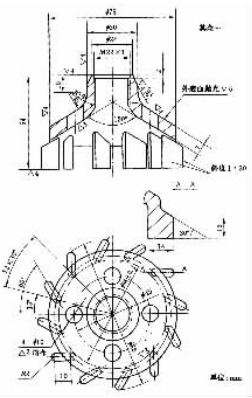


图 2－11　定子

作为分步释放浮选试验的选择条件。必要时则应进行正交试验结果分析（直观分析），见表 2－18、表 2－19，经验证后确定。

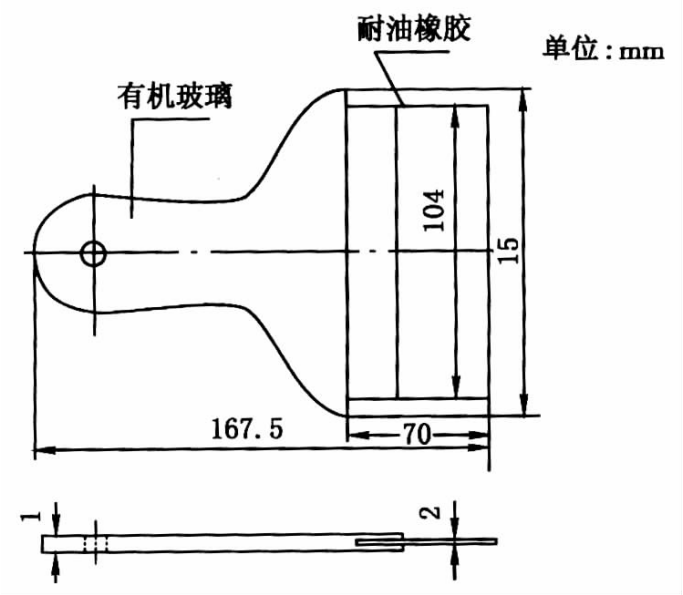


图 2－12　刮板

表 2－17　四因素三水平正交设计试验排次 $L_9(3^4)$

因素 \ 水平 \ 排次	1	2	3	4	5	6	7	8	9
正十二烷/$g\cdot t^{-1}$	800	800	800	1000	1000	1000	1200	1200	1200
仲辛醇/$g\cdot t^{-1}$	80	100	120	80、。	100	120	80	100	120
煤浆浓度/$g\cdot L^{-1}$	100	60	80	80	100	60	60	80	100
单位面积充气量 /$m^3\cdot(m^2\cdot min)^{-1}$	0．20	0．15	0．25	0．15	0．25	0．20	0．25	0．20	0．15
η_{wf}/%									

五、试验准备

按确定的煤浆浓度，计算并称取试验煤样（准确到0．1 g）。

$$G = \frac{150\ g_1}{100 - M_t}$$

式中　G——试验煤样量，g；

表2－18　试验结果表

排次	A	B	C	D	产率 γ/%	灰分 A/%	$\eta_{wf}d$/%
1	A_1	B_1	C_3	D_2	γ_1	A_1	η_1
2	A_1	B_2	C_1	D_1	γ_2	A_2	η_2
3	A_1	B_3	C_2	D_3	γ_3	A_3	η_3
4	A_2	B_1	C_2	D_1	γ_4	A_4	η_4
5	A_2	B_2	C_3	D_3	γ_5	A_5	η_5
6	A_2	B_3	C_1	D_2	γ_6	A_6	η_6
7	A_3	B_1	C_1	D_3	γ_7	A_7	η_7
8	A_3	B_2	C_2	D_2	γ_8	A_8	η_8
9	A_3	B_3	C_3	D_1	γ_9	A_9	η_9

正交设计结果分析（直观分析）

因素：正十二烷（A）；仲辛醇（B）；浓度（C）；单位面积充气量（D）

水平：$A_1A_2A_3$；$B_1B_2B_3$；$C_1C_2C_3$；$D_1D_2D_3$

g_1——煤浆浓度，g/L；

M_t——煤样全水分，%。

按确定的捕收剂、起泡剂用量计算浮选剂体积，用微量注射器抽取捕收剂、用微量进样器抽取起泡剂。

$$V = \frac{QG}{10^6 \delta}$$

式中　V——捕收剂、起泡剂体积，mL；

Q——捕收剂、起泡剂用量，g/t；

δ——捕收剂、起泡剂密度，g/cm^3。

表 2－19　试验结果计算表

	精煤产率 γ/%				精煤产率 A/%			
	A	B	C	D	A	B	C	D
K_1	$\gamma_1+\gamma_2+\gamma_3$	$\gamma_1+\gamma_4+\gamma_7$	$\gamma_2+\gamma_6+\gamma_7$	$\gamma_2+\gamma_4+\gamma_9$	$A_1+A_2+A_3$	$A_1+A_4+A_7$	$A_2+A_6+A_7$	$A_2+A_4+A_9$
K_2	$\gamma_4+\gamma_5+\gamma_6$	$\gamma_2+\gamma_5+\gamma_8$	$\gamma_3+\gamma_4+\gamma_8$	$\gamma_1+\gamma_6+\gamma_8$	$A_4+A_5+A_6$	$A_2+A_5+A_8$	$A_3+A_4+A_8$	$A_1+A_6+A_8$
K_3	$\gamma_7+\gamma_8+\gamma_9$	$\gamma_3+\gamma_6+\gamma_9$	$\gamma_1+\gamma_5+\gamma_9$	$\gamma_3+\gamma_5+\gamma_7$	$A_7+A_8+A_9$	$A_3+A_5+A_9$	$A_1+A_5+A_9$	$A_3+A_5+A_7$
H_1	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$
H_2	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$
H_3	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$
$H_{max}-H_{min}$								

按 $H_{max}-H_{min}$值确定影响精煤产率和精煤灰分的主次因素。按精煤产率高、精煤灰分低选择 A、B、C、D 四因素中的最佳水平，并与 η_{wf}比较讨论。

六、试验步骤

按图 2－13 分步释放浮选试验流程进行。

（1）向浮选槽加水至第二标线（见图 2－9），调试浮选机使叶轮转速、单位面积充气量达到规定值，停机后关闭进气阀门，放空浮选槽内的水。

（2）向浮选槽加水至第一标线（见图 2－9），开动浮选机后向槽内加入煤样，搅拌至煤样全部湿润后，再加水使煤浆液面达到第二标线。

（3）搅拌 2 min 后向煤浆中加入捕收剂，再搅拌 2 min 后向煤浆液面加入起泡剂。

（4）搅拌 10 s 后同时打开进气阀门和开动刮泡器进行粗选，刮泡 3 min 将泡沫产物集于一器皿中，在刮泡期间应控制补水量保持煤浆液面恒定。刮泡后期用洗瓶将沾在浮选槽壁上的泡沫产物清洗至煤浆中。

（5）刮泡至 3 min 后停止补水，关闭浮选机及进气阀门，把尾煤放至专门容器内（产物 6）。沉附在浮选槽底的颗粒清洗至尾煤产物中，粘附在浮选槽壁的颗粒清洗至泡

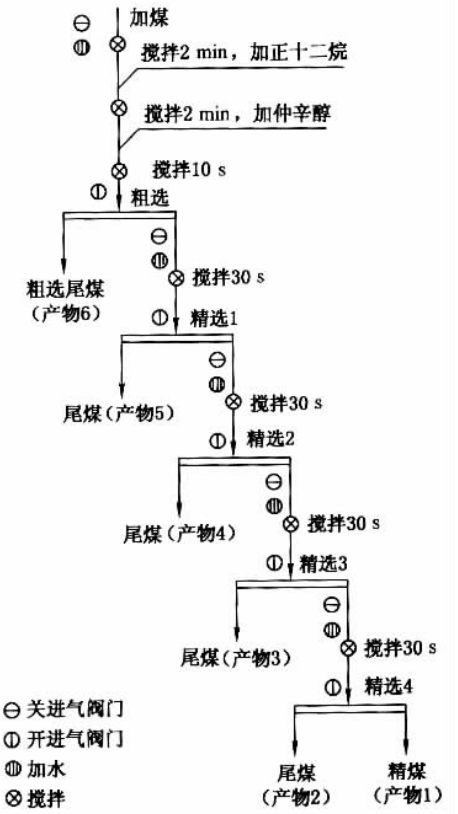


图 2－13　分步释放浮选试验流程图

沫产物中，直至浮选槽干净为止。

（6）尾煤经澄清脱水后，置于 105 ℃的恒温干燥箱中干燥 1 h，冷却至空气干燥状态后称量并测定灰分，必要时应测定全硫。

（7）将泡沫产物全部倒入浮选槽内进行第一次精选，加水至煤浆液面达到第二标线，开动浮选机搅拌 30 s 后打开进气阀门并同时开动刮泡器，刮泡 3 min。

（8）重复（5）操作，排出编号产物 5，并按（6）要求处理产物 5。

（9）重复（7）和（8）的操作，直至精选四次分出产物 4、3、2、1。

（10）泡沫产物（产物 1）脱水后按（6）方法处理。

（11）若产物 1 的产率 > 50% 时，则需另做精选 6 次的试验；当产物 4 的产率 > 40% 时，则需另做在精选 2 补加捕收剂 200g/t 的试验。

（12）平行试验两次。各产物的质量称准到 0．1 g。产率、灰分、硫分的数据取小数点后 2 位。

七、试验允许误差

(1) 试验质量误差，即试验煤样质量与产物 1 至产物 6 质量和之差不得 $>4\%$。

(2) 试验煤样与产物加权平均灰分允许误差应符合下列规定：

试验煤样灰分 $\leqslant 20\%$ 时，相对误差不得超过 5%。

试验煤样灰分 $>20\%$ 时，绝对误差不得超过 1%。

(3) 平行试验产物 1 至产物 5 累计产率的绝对差值不得超过 2%；平均灰分绝对差值不得超过 0.5%，否则试验无效。

八、试验结果表述

(1) 将符合允许误差的两次平行试验结果填入表 2－20 内，并将产率按算术平均法、灰分按加权平均法计算成综合结果。

(2) 用综合结果绘制分步释放浮选曲线图。其中 β 曲线为精煤产率与灰分关系曲线，v 曲线为尾煤产率与灰分关系曲线，n 曲线为分选次数与精煤产率关系曲线，见图 2－14。

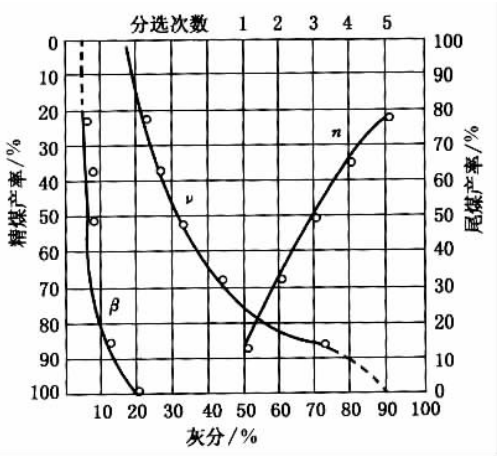


图 2－14　分步释放浮选曲线图

表 2－20　分步释放浮选试验结果表

产物编号	第一次试验结果						第二次试验结果					
	质量/g	产率/%	灰分/%	累计产率/%	平均灰分/%	全硫/%	质量/g	产率/%	灰分/%	累计产率/%	平均灰分/%	全硫/%
1	32．5	22．27	5，35	22．27	5．35		35．0	24．14	5．31	24．14	5.31	
2	21.0	14.38	7．50	36．65	6．19		21．0	14．48	7．34	38．62	6．07	
3	20.0	13.70	8.61	50．35	6．85		20．5	14．14	8．40	52．76	6．70	
4	24．5	16.78	11．73	67．13	8.07		22.0	15．17	11．87	67．93	7.85	
5	29．0	19．86	23.22	86．99	11．53		26．0	17.93	23．81	85.86	11.18	
6	19.0	13．01	69.85	100．00	19．12		20．5	14．4	70．74	100.00	19．60	
计算入料	146．0	100．00	19.12	–	–		145．0	100．00	19．60	–	–	

综　合　结　果

产物编号	1	2	3	4	5	6	计算入料
产率/%	23．20	14．43	13．92	15．98	18．90	13．57	100．00
灰分/	5.33	7．42	8.50	11．80	23．50	70．31	19．36
累计产率/%	23．20	37．63	51．55	67．53	86．43	100．00	—
平均灰分/%	5．33	6．13	6．77	7．96	11.35	19.36	—
全硫/%							

煤样名称：
采样日期：
煤样灰分：19.81%
煤样全硫：0.77%
煤样质量：150 g
试验日期：
试验者：

第三章　煤质分析试验方法

煤是一种固体可燃矿物。由于生物量沉积环境的不同，煤的性质和成分也各不相同。本章仅介绍与选煤厂直接相关的煤的工业分析、煤中全硫的测定及煤的发热量测定、煤的真相对密度测定。

第一节　煤质分析的一般规定

煤质分析试验方法对煤样、测定方法、试剂、溶液配制、分析结果的计算和表达、精密度、符号、分析值及报告值的取位和各种“基”的换算都作了统一的定义或规定。这样有助于煤质分析试验方法工作的发展，也有利于使用煤质分析数据进行技术开发及科学研究工作。

一、煤样

(1) 为了得到具有代表性和准确的分析结果，在煤样的采取和制备上都规定了严格的操作方法。煤质分析所用煤样除有特殊要求外，一般都应为空气干燥煤样。煤样制备至规定粒度后，摊成薄层，在室温下于空气中连续放置 1 h，直到煤样质量变化不超过 0．1%，即达到空气干燥状态。

(2) 煤样制成后应装入严密的容器中，通常用有严密磨口玻璃塞或塑料塞的广口玻璃瓶。

(3) 称取煤样时，应先将其充分混匀。

二、测定

在煤质分析中，除特别要求外，每项分析试验应对同一煤样进行两次平行测定，两次测值的差值如不超过同一化验室允许差 T，则取其算术平均值作为测定结果。否则需

进行第三次测定，如三次测值的极差小于 1．2T，则取三次测值的算术平均值作为测定结果，否则需进行第四次测定。如四次测值的极差小于 1.3T，则取四次测值的算术平均值作为测定结果；如极差大于 1．3T，而其中三个测值的极差小于 1．2T，则可取三个测值的算术平均值作为测定结果。如上述条件均未达到，则应舍弃全部测定结果，并检查仪器和操作，然后重新测定。

三、试剂

化学试剂分为化学纯试剂、分析纯试剂、优级纯试剂和基准试剂。煤质分析中除专门规定外，一般都使用分析纯试剂。如用来制备滴定用的标准溶液，应使用基准试剂配制。所用的水一般为蒸馏水或同等纯度的水。

四、溶液和溶液的浓度

1．溶液的浓度

在煤质分析中，常用溶液浓度的表示方法有：

（1）物质的量浓度，即单位体积溶液中所含的物质的量，单位为摩尔每升，符号为 mol/L。

物质的量的国际单位制的基本单位是摩尔，其定义为：摩尔是一系统物质的量，该系统中所包含的基本单元数与 0．012 kg 碳一 12 的原子数相等。在使用摩尔时，基本单元应予指明，可以是原子、分子、离子、电子及其他粒子或是这些粒子的特定组合。因此在使用物质的量的浓度时，必须指明基本单元。

例如：c（NaCl）= 1 mol/L，表示溶质的基本单元是氯化钠分子，其摩尔质量为 58．5g/mol，该溶液的浓度为 1 mol/L，即每升溶液中含有 58．5 g 氯化钠。c（1/2H_2SO_4）= 1.5 mol/L，表示溶质的基本单元是 1/2 个硫酸分子，其摩尔质量为 1/2 × 98 g/mol，即 49 g/mol，该溶液浓度为 1.5 mol/L，即每升溶液中含有 1．5 × 49 g 硫酸；c（1/2Ca^{2+}）= 1 mol/L，表示溶质的基本单元是 1/2 个钙离子，其摩尔质量为 20．04 g/mol，溶液的浓度为 1 mol/L，即每升溶液中含有钙离子 20．04 g。

（2）溶液的浓度以质量比或体积比为基础给出时应以%（m/m）或%（V/V）表示。

（3）溶液浓度以量纲上不同的单位质量和体积表示，则浓度应以克每升（g/L）或

以其适当分倍数表示，如 mg/mL。

（4）如果一试剂与另一试剂（或水）以体积比或质量比混合则以（$V_1 + V_2$）或以（$m_1 + m_2$）表示。

（5）凡以水作溶剂的溶液称为水溶液，一般简称溶液。以其他液体为溶剂的溶液，则在其前面冠以溶剂的名称。

2．常用溶液

（1）标准滴定溶液——即确定了准确浓度的用于滴定分析的溶液。

（2）基准溶液——由基准物质制备或用多种方法标定过的溶液，用于标定其他溶液。

（3）标准溶液——由用于制备溶液的物质而准确知道某种元素、离子、化合物或基团浓度的溶液，这类溶液的浓度应用克每升（g/L）表示。

五、测定方法的精密度

煤质分析的测定方法精密度以重复性和再现性表示。

（1）重复性即同一化验室的允许差。是指在同一化验室中，由同一操作者，用同一台仪器，对同一分析煤样，于短期内所做的重复测定，所得结果间的差值（在 95% 概率下）的临界值。

（2）再现性即不同化验室的允许差。是指在不同化验室中，对从煤样缩制最后阶段的同一煤样中分取出来的具有代表性的部分所做的重复测定，所得结果的平均值间的差值（在 95% 概率下）的临界值。

六、符号

（1）采用表 3－1 所列符号代表各分析试验项目。

表 3－1　分析试验项目符号

项目名称	符号	项目名称	符号	项目名称	符号
收缩度	a	灰熔融性流动温度	FT	抗碎强度	SS
灰分	A	粘结指数	$G_{R.I}$	灰熔融性软化温度	ST

项目名称	符号	项目名称	符号	项目名称	符号
磨损指数	*AI*	腐植酸产率	*HA*	焦油产率	T_{ar}
视密度	*ARD*	哈氏可磨指数	*HGI*	真相对密度	*TRD*
膨胀度	*b*	灰熔融性半球温度	*HT*	热稳定性	*TS*
结渣率	*Clin*	水分	*M*	挥发分	*V*
半焦产率	*CR*	最高内在水分	*MHC*	干馏总水产率	*Water*
坩埚膨胀序数	*CSN*	矿物质	*MM*	焦块最终收缩度	*Water*
灰熔融性变形温度	*DT*	透光率	P_M	胶质层最大厚度	*y*
苯萃取物产率	E_b	发热量	*Q*	二氧化碳转化率	*α*
固定碳	*FC*	罗加指数	*R*·*I*		

（2）项目细划分。将表 3－2 所列符号注在分析试验项目符号的右下角。

表 3－2　项目细划分符号

项目名称	符号	项目名称	符号	项目名称	符号
外在或游离	f	硫化铁	P	恒容低位	net，v
内在	inh	硫酸盐	S	恒压低位	net，p
有机	O	恒容高位	gr，v	全	t

（3）为了区别试验煤样的不同状态，在煤质分析中常以不同“基”表示，常用的“基”有空气干燥基、干燥基、收到基、干燥无灰基、干燥无矿物质基、恒湿无灰基、恒湿无矿物基。采用下列英文字母标在分析项目符号右下角、项目细划分符号后面，并用逗号分开。

空气干燥基——以与空气湿度达到平衡状态的煤为基准，符号为 ad。

干燥基——以假想无水状态的煤为基准，符号为 d。

收到基——以收到状态的煤为基准，符号为 ar。

干燥无灰基——以假想无水、无灰状态的煤为基准，符号为 daf。

干燥无矿物质基——以假想无水、无矿物质状态的煤为基准，符号为 dmmf。

恒湿无灰基——以假想含最高内在水分、无灰状态的煤为基准，符号为 maf。

恒湿无矿物质基——以假想含最高内在水分、无矿物质状态的煤为基准，符号为 m，mmf。

上述各种基可以互相换算，将有关数值代入表 3－3 **所列的相应公式，再乘以用已知基表示的某一分析值，即可求得所要求的基表示的分析值。**

七、结果计算和表达

煤质分析的测定结果按数字修约规则为：凡末位有效数后边的第一位数字大于 5，**则在其前一位上增加** 1，**小于** 5 **则舍去；凡末位有效数后边的第一位数等于** 5，**而** 5 **后面的数字并非全部为零，则在** 5 **前一位数上增加** 1；**如** 5 **后面的数字全部为零时，而** 5 **前面的一位数为奇数，则在** 5 **的前一位数上增加** 1，**如前一位数为偶数（包括零），则将** 5 **舍去。在拟舍弃的数字中，若为两位以上数字时，不得连续进行多次修约，应根据所拟舍弃数字中左边第一个数字的大小，按上述规定一次修约出测定结果。例如，下列数字取小数后二位：**

表 3－3　**不同基的换算公式**

已知基 \ 要求基	空气干燥基（ad）	（收到基）（ar）	干基（d）	干燥无灰基（daf）	干燥无矿物质基（dmmf）
空气干燥基（ad）		$\frac{100-M_{ar}}{100-M_{ad}}$	$\frac{100}{100-M_{ad}}$	$\frac{100}{100-(M_{ad}+A_{ad})}$	$\frac{100}{100-(M_{ad}+MM_{ad})}$
收到基（ar）	$\frac{100-M_{ad}}{100-M_{ar}}$		$\frac{100}{100-M_{ar}}$	$\frac{100}{100-(M_{ar}+A_{ar})}$	$\frac{100}{100-(M_{ar}+MM_{ar})}$
干基（d）	$\frac{100-M_{ad}}{100}$	$\frac{100-M_{ar}}{100}$		$\frac{100}{100-A_{d}}$	$\frac{100}{100-MM_{d}}$

已知基 \ 要求基	空气干燥基 (ad)	(收到基) (ar)	干基 (d)	干燥无灰基 (daf)	干燥无矿物质基 (dmmf)
干燥无灰基 (daf)	$\frac{100-(M_{ad}+A_{ad})}{100}$	$\frac{100-(M_{ar}+A_{ar})}{100}$	$\frac{100-A_d}{100}$		$\frac{100-A_d}{100-MM_d}$
干燥无矿物质基 (dmmf)	$\frac{100-(M_{ad}+MM_{ad})}{100}$	$\frac{100-(M_{ar}+MM_{ar})}{100}$	$\frac{100-MM_d}{100}$	$\frac{100-MM_d}{100-A_d}$	

表 3－4　煤质分析中各指标的名称、代表符号和取位表

煤质指标名称	代表符号	单　位	测　定　值	报　告　值
全水分	M_t	%	小数后两位	小数后两位
工业分析　水　分	M	%	小数后两位	小数后两位
灰分	A	%	小数后两位	小数后两位
挥发分	V	5	小数后两位	小数后两位
固定碳	FC	%	小数后两位	小数后两位
最高内在水分	MHC	%	小数后两位	小数后两位
发热量	Q	J/g，MJ/kg	个位，小数后三位	十位，小数后两位
元素分析　碳	C	%	小数后两位	小数后两位
氢	H	%	小效后两位	小数后两位
氮	N	%	小数后两位	小数后两位
碱	S	%	小数后两位	小数后两位
氧	O	%	小数后两位	小数后两位
全硫	S_t	%	小数后两位	小数后两位
形态硫　硫铁矿硫	S_p	%	小数后两位	小数后两位
硫酸盐硫	S_s	%	小数后两位	小数后两位
有机硫	S_o	%	小数后两位	小数后两位

煤质指标名称	代表符号	单　位	测　定　值	报　告　值
碳酸盐二氧化碳	CO_2	%	小数后两位	小数后两位
褐煤苯萃取物产率	E_B	%	小数后两位	小数后两位
腐植酸产率	E_A	%	小数后两位	小数后两位
煤中有害元素和稀散元素　磷	P	%	小数后三位	小数后三位
氯	Cl	%	小数后三位	小数后三位
氟	F	μg/g	个位	个位
锗	Ge	μg/g	个位	个位
镓	Ga	μg/g	个位	个位
砷	As	μg/g	个位	个位
硒	Se	μg/g	个位	个位
汞	Hg	μg/g	个位	个位
煤灰成分分析　二氧化硅	SiO_2	%	小数后两位	小数后两位
三氧化二铝	Al_2O_3	%	小数后两位	小数后两位
三氧化二铁	Fe_2O_3	%	小数后两位	小数后两位
氧化钙	CaO	%	小数后两位	小数后两位
氧化镁	MgO	%	小数后两位	小数后两位
氧化钠	Na_2O	%	小数后两位	小数后两位
氧化钾	K_2O	%	小数后两位	小数后两位
氧化锰	Mn_3O_4	5	小数后两位	小数后两位
三氧化硫	SO_3	%	小数后两位	小数后两位
五氧化二磷	P_2O_5	%	小数后两位	小数后两位
煤中矿物质	MM	%	小数后两位	小数后一位
胶质层指数：胶质层最大厚度	y	mm	小数后一位	个位

煤质指标名称	代表符号	单　位	测　定　值	报　告　值
焦块最终收缩度	x	mm	小数后一位	个位
坩埚膨胀序数	CSN		1/2 序号	1/2 序号
枯结指数	$G_{R.I}$		小数后一位	个位
罗加指数	$R.I.$		小数后一位	个位
奥一阿膨胀度　膨胀度	凸	%	小数后一位	个位
收缩度	b	%	小数后一位	个位
格—金干馏试验　干馏总水产率	$Water$	%	小数后两位	小数后一位
铝甑干馏试验　干馏半焦产率	CR	%	小数后两位	小数后一位
干馏焦油产率	Tar	%	小数后两位	小数后一位
煤灰熔融性特征温度　变形温度	DT	℃	十位	十位
软化温度	ST	℃	十位	十位
半球温度	HT	℃	十位	十位
流动温度	FT	℃	十位	十位
煤对二氧化碳化学反应性	α	%	小数后一位	小数后一位
结渣率	$Clin$	%	小数后两位	小数后两位
热稳定性	TS	%	小数后两位	小数后两位
抗碎强度	SS	%	小数后两位	小数后一位
磨损指数	AI	mg/kg	个位	个位
哈氏可唐性指数	HGI		个位	个位
年轻煤进光率	P_M	%	个位	个位
真（相对）密度	TRD		小数后两位	小数后两位
视（相对）密窿	ARD		小数后两位	小数后两位

26．376⟶26．38

26．374⟶26．37

26．3751⟶26．38

26．3750⟶26．38

26．3850⟶26．38

煤质分析的各种指标的测定值和报告值取位见表 3－4。

第二节　煤的水分及其测定

水分是一项重要的煤质指标。它在煤的基础理论研究和加工利用中都具有重要的作用，又是基准换算的基础数据。全水分更是商品煤计量不可缺少的重要指标。

一、煤中水分

煤中的水分是煤炭的组成部分。煤中水分随煤的变质程度呈规律性变化。泥炭水分最大，可达 40%～50%；褐煤次之，约 10%～40%，烟煤较低；到无烟煤又有增加的趋势。

煤中水分按结合状态分为游离水和化合水（结晶水）两类。游离水是以物理吸附或吸着方式与煤结合的；化合水是以化合的方式同煤中矿物质结合的水，它是矿物晶格的一部分，如硫酸钙（$CaSO_4 \cdot 2H_2O$）、高岭土（$Al_2O_3 \cdot 2SiO_2 \cdot 2H_2O$）中的结晶水。

煤的工业分析只测定游离水。游离水按其赋存状态又分为外在水分和内在水分。煤的外在水分是指吸附在煤颗粒表面或非毛细孔中的水分，在实际测定中是煤样达到空气干燥状态所失去的那部分水。煤的内在水分是指吸附或凝聚在煤颗粒内部毛细孔中的水分。在实际测定中是指煤样达到空气干燥状态时保留下来的那部分水。

当煤颗粒中毛细孔吸附的水达到饱和状态时，此时的内在水分达到最高值，称为煤的最高内在水分。

煤质分析中测定的水分主要有全水分、空气干燥煤样水分和最高内在水分。收到煤样的全水分是指使用单位收到或即将投入使用状态下煤的水分，称为收到基水分，以符号 M_{ar}表示。空气干燥煤样水分是指在一定条件下，空气干燥煤样在实验室中与周围空

气湿度达到大致平衡时所含的水分，以符号 M_{ad} 表示。最高内在水分是煤样在温度30℃、相对湿度96%下达到平衡时所含有的水分，以 MHC 表示。

煤中水分用间接测定法，即将已知质量的煤样放在一定温度下干燥至恒重，以煤样水分蒸发后质量损失计算煤的水分。

二、煤中全水分的测定

煤中全水分测定方法有方法A（通氮干燥法）、方法B（空气干燥法）、方法C（微波干燥法）和方法D，方法D适用于外在水分较高的煤，又分为一步法和二步法。

1．一般要求

（1）煤样：方法A、B和C采用粒度小于6 mm的煤样，煤样量不小于500 g；方法D采用粒度小于13 mm的煤样，煤样量约2 kg。

（2）测定全水分前，先应检查煤样容器的密封情况，将其表面擦拭干净，用工业天平称量到总质量的0．1%，并与容器标签所注明的总质量进行核对。如果称出的总质量小于标签上注明的总质量（不超过1%），并且能确定煤样在运送过程中没有损失时，应将减少的质量作为煤样在运送过程中的水分损失量，并计算出该量对煤样质量的百分数（M_1），计入煤样全水分。

（3）称取煤样前，应将密闭容器中的煤样充分混合至少1 min。

2．方法A（通氮干燥法）

方法A适用于各种煤。

（1）方法要点

称取一定量粒度小于6 mm的煤样，在干燥氮气流中，于105 ℃～110 ℃下干燥到质量衡定，然后根据煤样的质量损失计算出水分含量。

（2）试剂

氮气：纯度99．9%以上，含氧量小于100 μg/g。

无水氯化钙：化学纯，粒状。

变色硅胶：工业用。

（3）仪器设备

①小空间干燥箱：箱体严密，具有较小的自由空间，有气体进、出口，每小时可换

气 15 次以上，能保持温度在 105 ℃ ~ 110 ℃范围内。

②玻璃称量瓶：直径 70 mm，高 35 ~ 40 mm，并带有严密的磨口盖。

③干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

④分析天平：感量 0．001 g。

⑤工业天平：感量 0．1 g。

⑥流量计：测量范围 100 ~ 1000 mL/min。

⑦干燥塔：容量 250 mL，内装变色硅胶。

(4) 测定步骤

迅速称取粒度小于 6 mm 的煤样 10 ~ 12 g（称准至 0．01 g），装入预先干燥并称量过（称准至 0．01 g）的称量瓶摇匀、摊平。

打开称量瓶盖，放入预先通入干燥氮气并已加热到 105 ℃ ~ 110 ℃的干燥箱中，烟煤干燥 1．5 h，褐煤和无烟煤干燥 2 h。从干燥箱中取出称量瓶，立即盖上盖子，在空气中放置约 5 min，然后放入干燥器中，冷却到室温（约 20 min），称量（称准至 0．01 g）。进行检查性干燥，每次 30 min，直到连续两次干燥煤样质量的减少不超过 0．01 g 或质量有所增加为止。在后一种情况下，应采用质量增加前一次的质量作为计算依据。水分小于 2%时，不必进行检查性干燥。

(5) 结果计算

全水分测定结果按式（3 - 1）计算：

$$M_t = \frac{m_1}{m} \times 100\% \tag{3-1}$$

式中　M_t——煤样的全水分，%；

m——煤样的质量，g；

m_1——干燥后煤样减少的质量，g。

报告值修约至小数点后一位。

如果在运送过程中煤样的水分有损失，则按式（3 - 2）求出补正后的全水分值。

$$M_t = M_1 + \frac{m_1}{m}(100 - M_1) \tag{3-2}$$

式中，M_1 是煤样运送过程中的水分损失量（%）。当 $M_1 > 1\%$时，表明煤样运送过程中

可能受到意外损失，只说明，不补正。

3．方法 B（空气干燥法）

适用于烟煤和无烟煤。

（1）方法要点

称取一定量粒度小于 6 mm 的煤样，于 105 ℃～110 ℃下空气流中干燥到质量恒定，然后根据煤样的质量损失计算水分含量。

（2）仪器设备

干燥箱：带有自动控温装置和鼓风机，能保持温度在 105 ℃～110 ℃范围内。

其他仪器设备同方法 A。

（3）测定步骤

迅速称取粒度小于 6 mm 的煤样 10～12 g（称准至 0.01 g），装入预先干燥并称量过（称准至 0．01 g）的称量瓶摇匀、摊平。打开称量瓶盖，放入预先鼓风并已加热到 105 ℃～110 ℃的干燥箱中，在鼓风条件下，烟煤干燥 2 h，无烟煤干燥 3 h。

其他步骤同方法 A。

（4）结果计算

结果计算同方法 A。

4．方法 C（微波干燥法）

适用于烟煤和褐煤。

（1）方法要点

称取一定量粒度小于 6 mm 的煤样，置于微波炉内。煤中水分子在微波发生器的交变电场作用下，高速振动产生摩擦热，使水分迅速蒸发。根据煤样干燥后的质量损失计算水分含量。

（2）仪器设备

微波干燥水分测定仪：微波辐射能和辐射时间可控制，煤样放置区微波辐射均匀。经试验证明测定结果与方法 A 的结果一致。

（3）测定步骤

按微波干燥水分测定仪说明书进行准备和状态调节。

称取粒度小于 6 mm 的煤样 10～12 g（称准至 0．01 g），装入预先干燥并量过的称

量瓶中，摇匀、摊平。打开称量瓶盖，放入测定仪的旋转盘的规定区内。关上门，接通电源，仪器按预先设定的程序工作，直到工作程序结束。

打开门，取出称量瓶，盖上盖子，立即放入干燥器中，冷却到室温，然后称量（称准至0．01 g）。如果仪器有自动称量装置，则不必取出称量。

（4）结果计算

结果计算同方法A或从仪器显示器上直接读取全水分的含量。

5．方法D

适用于外在水分高的烟煤和无烟煤。

（1）一步法

①方法要点

称取一定量的粒度小于13 mm的煤样，于105 ℃～110 ℃下空气流中干燥到质量恒定，然后根据煤样的质量损失计算出全水分的含量。

②仪器设备

浅盘：由镀锌铁皮或铝板等耐热、耐腐蚀材料制成，其规格能容纳500 g煤样，且单位面积负荷不超过1 g/cm^2，盘的质量不大于500 g。

其他仪器设备同方法B。

③测定步骤

用已知质量的干燥、清洁的浅盘称取煤样500 g（称准至0．5 g），均匀、摊平。然后放入预先鼓风并加热到105 ℃～110 ℃的干燥箱中，在鼓风的条件下，烟煤干燥2 h，无烟煤干燥3 h。

将浅盘取出，趁热称量，称准至0．5 g。进行检查性干燥，每次30 min，直到连续两次干燥煤样质量的减少不超过0．5 g或质量有所增加为止。在后一种情况下，应采用质量增加前一次的质量作为计算依据。

④结果计算

结果计算同方法A。

（2）二步法

①方法要点

将粒度小于13 mm的煤样，在温度不高于50 ℃的环境下干燥，测定外在水分，再

将煤样破碎到粒度小于 6 mm，在 105 ℃～110 ℃下测定内在水分，然后计算出全水分。

②仪器设备

同一步法。

③测定步骤

准确称量全部粒度小于 13 mm 的煤样（称准至 0．01%），平摊在浅盘中，于温度不高于 50 ℃的环境下干燥到质量恒定（连续干燥 1 h 质量变化不大于 0．1%），称量（称准至 0．01%）。

将煤样破碎到粒度小于 6 mm，按方法 B 所述测定内在水分。

④结果计算

按式（3－3）计算煤中全水分 M_t：

$$M_t = M_f + \frac{100 - M_f}{100} \times M_{inh} \qquad (3-3)$$

式中　M_f——煤样的外在水分，%；

M_{inh}——煤样的内在水分，%。

6．精密度

两次重复测定结果的差值不得超过表 3－5 的规定。

表 3－5

全水分 M_t/%	< 10	≥10
重复性/%	0.4	0.5

7．注意事项

（1）煤中全水分的测定关键是要保证从制样到煤样称量的过程中，煤样中水分没有变化。要注意全水分煤样制样要迅速、煤样不宜破碎过细，以防制样中水分损失；煤样应保存在密封良好的容器内；煤样送到化验室后应尽快测定；称量前煤样一定要混合均匀，称量时动作一定要迅速。

（2）方法 B 预先鼓风是指称量瓶放入干燥箱前 3～5 min 就开始鼓风。为了使干燥箱中温度均匀。

三、空气干燥煤样水分的测定

空气干燥煤样水分测定方法有加热干燥法（A 法和 C 法）、微波干燥法（D 法）和

甲苯蒸馏法（B 法）4 种方法。方法 A、B 和 D 适用于所有煤种，方法 C 仅适用于烟煤和无烟煤，仲裁时用方法 A。

空气干燥煤样水分测定方法 A、C、D 采用仪器设备同全水分测定相应方法。只是称量瓶用直径 40 mm、高 25 mm 玻璃称量瓶，见图 3－1，天平为分析天平，感量 0.0001 g。

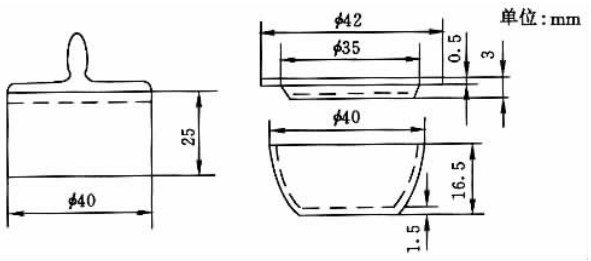


图 3－1　玻璃称量瓶

1．方法 A（通氮干燥法）

（1）方法要点

称取一定量的空气干燥煤样，置于 105 ℃～110 ℃的干燥箱中，在干燥氮气流中干燥到质量恒定，然后根据煤样的质量损失计算出水分百分含量。

（2）测定步骤

称取粒度小于 0.2 mm 的空气干燥煤样（1±1）g（称准至 0.0002 g），摇匀、摊平，装入预先干燥和称量过的称量瓶（见图 3－1）。打开称量瓶盖，放入预先通入干燥氮气并已加热到 105 ℃～110 ℃的小空间干燥箱中。烟煤干燥 1.5 h，褐煤和无烟煤干燥 2 h。

从干燥箱中取出称量瓶，立即盖上盖子，放入干燥器中冷却至室温（约 20 min）后称量，然后进行检查性干燥，每次 30 min，直至煤样质量减少不超过 0.001 g 或质量有所增加为止。在后一种情况下，采用增加前一次的质量作为计算依据，水分在 2% 以下时，不必进行检查性干燥。

（3）结果计算

空气干燥煤样的水分按式（3－4）计算：

$$M_{ad}=\frac{m_1}{m}\times 100\% \qquad (3-4)$$

式中　M_{ad}——空气干燥煤样水分，%；

m_1——煤样干燥后失去的质量，g；

m——煤样的质量，g。

2．方法 B（甲苯蒸馏法）

（1）方法要点

称取一定量的空气干燥煤样于圆底烧瓶中，加入甲苯共同煮沸。分馏出的液体收集在水分测定管中分层，量出水的体积（mL）。以水的质量占煤样质量的百分数作为水分含量。

（2）试剂

甲苯，无水氯化钙（粒状）。

（3）仪器设备

①分析天平：最大称量为 200 g，感量 0．001 g；

②电炉：能调节温度；

③水分测定管：见图 3－2，量程 0～10 mL，分度值 0．1 mL；水分测定管须经校正（每毫升校正一点），并绘出校正曲线方可使用。

④蒸馏装置：见图 3－3，它由直形冷凝管（长约 400 mm）、水分测定管和 500 mL 圆底烧瓶构成。各部件连接处应具有磨口接头。

⑤微量滴定管：10 mL，分度值为 0．05 mL。

（4）测定步骤

称取粒度小于 0．2 mm 的空气干燥煤样 25 g（称准至 0．001 g），放入干燥的圆底烧瓶中，加入约 80 mL 甲苯。为防止溅洒，可放适量碎玻璃片或直径 3 mm 左右的玻璃小球。安装好蒸馏装置。

冷却管接通冷却水。加热蒸馏瓶内容物沸腾，加热温度控制使在冷却管口滴下的液滴数为每秒 2～4 滴，直至馏出液清澈并在 5 min 内不再有细小泡出现为止。取下水分测定管，冷却至室温，读数并记下水的体积（mL），进行校正，由回收曲线上查出煤样中水分的实际体积（V）。

回收曲线的绘制：用微量滴定管准确量取 0，1，2，3，…，10 mL 蒸馏水，分别放

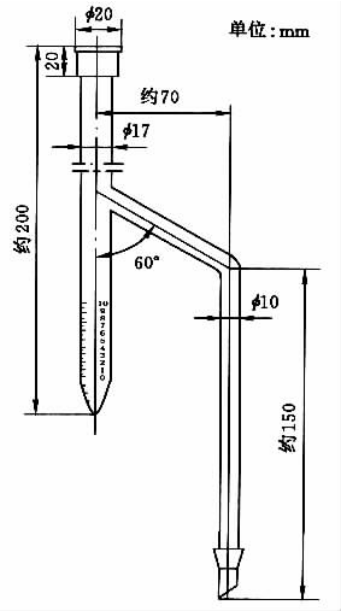


图 3－2　水分测定管

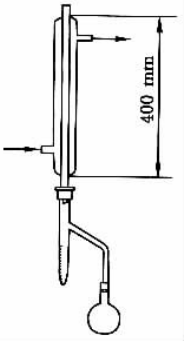


图 3－3　蒸馏装置

入蒸馏烧瓶中，每瓶各加 80 mL 甲苯，然后按上述方法进行蒸馏。根据水的加入量和实际蒸出的毫升数绘制回收曲线。更换甲苯时，需重做回收曲线。

（5）结果计算

空气干燥煤样的水分按式（3－5）计算：

$$M_{ad} = \frac{V_\rho}{m} \times 100\% \qquad (3-5)$$

式中　M_{ad}——空气干燥煤样的水分含量，%；

V——由回收曲线上查出的水的体积，mL；

ρ——水的密度，20℃时取 1．00 g/mL；

m——煤样的质量，g。

(6) 说明

蒸馏法是将煤样悬浮在与水不互溶的甲苯中，加热蒸馏，煤中水分被甲苯蒸气带出后冷凝，收集在水分测定管中，根据所收集的水的体积，测出煤的水分含量。这是一种很准确的水分测定方法，但试样用量较多，甲苯为易燃、有毒物质，试验较干燥法复杂，效率低、成本高。

3．方法 C（空气干燥法）

(1) 方法要点

称取一定量的空气干燥煤样，放入 105 ℃～110 ℃的干燥箱，在空气流中干燥至质量恒定，然后根据煤样的质量损失计算出水分的百分含量。

(2) 测定步骤

称取粒度小于 0．2 mm 的空气干燥煤样（1±0．1）g（称准至 0．0002 g），装入预先干燥并称量过（称准至 0．0002 g）的称量瓶，摇匀、摊平。打开称量瓶盖，放入预先鼓风并已加热到 105 ℃～110 ℃的干燥箱中。在鼓风的条件下，烟煤干燥 1 h，无烟煤干燥 1～1．5 h。

其他步骤同方法 A。

(3) 结果计算

结果计算同方法 A。

4．方法 D（微波干燥法）

(1) 方法要点

称取一定量的空气干燥煤样，置于微波炉内，炉内磁控管发射非电离微波，引起水分子超高速振动，产生摩擦热，使水分子迅速蒸发，根据煤样的质量损失计算水分的百分含量。

(2) 仪器设备

微波干燥水分测定仪：带程序控制器，内配有微晶玻璃转盘，转盘上置有带标记圈和厚约 2 mm 的石棉垫。

(3) 测定步骤

称取粒度小于 0．2 mm 的空气干燥煤样（1±o．1）g（称准至 0．0002 g），装入预

先干燥并称量过的称量瓶内，摇匀、摊平。

向一个容量为 250 mL 的烧杯中加入 80 mL 蒸馏水并置于微波水分测定仪的转盘上，用预热程序加热 10 min 后，取出烧杯。如连续进行测定时，只需在第一次测定前进行预热。

将带煤样的称量瓶开着盖放在测水仪的转盘上，并将称量瓶放在与石棉垫上的标记圈相内切的位置。放满一圈后，多余的称量瓶紧挨第一圈称量瓶内侧放置。转盘中心放一盛有蒸馏水的带表面皿盖的 250 mL 烧杯（盛水量与测水仪说明书规定一致），关上测水仪门。

按测水仪说明书，不同煤种用不同的测定条件程序进行。

加热结束后，打开测水仪门，立即盖上称量瓶盖，并取出放入干燥器中，冷却到室温称量。无需进行检查性干燥。

（4）结果计算

结果计算同方法 A。

5．精密度

空气干燥煤样水分测定的重复性见表 3－6。

表 3－6

水分 M_{ad}/%	＜5	5～10	＞10
重复性/%	0．2	0．3	0．4

第三节　煤中灰分的测定

煤中灰分是不能燃烧的矿物，也是煤炭贸易计价的主要指标。选煤厂加工煤炭的主要目标是降低灰分。

一、煤中灰分的来源

煤的灰分不是煤中的固有成分，而是煤中矿物质在一定条件下经一系列分解、化合等复杂反应后的残留物。它在组成和质量上都不同于矿物质；但煤炭的灰分产率与矿物

质含量间有一定的相关关系。严格说，灰分应称为煤的灰分产率。

煤中存在的矿物质主要包括粘土或页岩、方解石（碳酸钙）、黄铁矿或白铁矿以及其他微量成分，如无机硫酸盐、氯化物和氟化物等。

煤在灰化过程中发生的主要反应有：

（1）粘土和页岩矿物失去结晶水，这类矿物中最普遍的是高岭土，它们在 500 ℃ ~ 600 ℃时失去结晶水。

$$2SiO_2 \cdot Al_2O_3 \cdot 2H_2O \xrightarrow{\Delta} 2SiO_2 + Al_2O_3 + 2H_2O \uparrow$$

$$CaSO_4 \cdot 2H_2O \xrightarrow{\Delta} CaSO_4 + 2H_2O +$$

（2）碳酸钙受热分解生成二氧化碳和氧化钙，后者在一定程度上与硫氧化物反应生成硫酸钙，还与二氧化硅反应生成硅酸钙。

$$CaCO_3 \xrightarrow{\Delta} CaO + CO_2 \uparrow$$

$$CaO + SO_3 \longrightarrow CaSO_4$$

$$CaO + SiO_2 \longrightarrow CaSiO_3$$

（3）黄铁矿氧化生成三氧化二铁和硫氧化物（主要是 SO_2，一小部分是 SO_3）。

$$4FeS_2 + 11O_2 \longrightarrow 2Fe_2O_3 + 8SO_2 \uparrow$$

$$2SO_2 + O_2 \longrightarrow 2SO_3$$

（4）与煤中有机物结合的金属元素被氧化成金属氧化物。

测定煤中矿物质含量比较复杂，可以根据灰分估算煤中矿物质含量，经验公式：

$$MM = 1.10A + 0.5S_p \tag{3-6}$$

式中　MM——煤中矿物质含量，%；

A——灰分产率，%；

S_p——硫化铁硫的含量，%。

二、测定原理

称一定量的空气干燥煤样，放入马弗炉或快灰仪中，以一定的速度加热到（815 ± 10）℃，灰化并灼烧到质量恒定，以残留物的质量占煤样质量的百分数作为灰分产率。

三、测定方法

灰分测定可分为缓慢灰化法和快速灰化法。缓慢灰化法为仲裁法；快速灰化法用于

选煤厂生产检查。

1．缓慢灰化法

（1）方法要点

称 1 g 空气干燥煤样，放入低于 100 ℃的马弗炉中，在 30 min 时间内升温至 500 ℃，在此温度下保温 30 min，再升至（815 ± 10）℃，烧 1 h 至质量恒定。以灰渣的质量占煤样质量的百分数为灰分产率。

（2）仪器设备

①马弗炉：能保持温度为（815 ± 10）℃，炉膛有足够的恒温区，炉后壁的上部带有排烟孔。

②分析天平：感量 0．0001 g。

③干燥器。

④耐热瓷板和石棉板。

⑤瓷灰皿：长方形，底面长 45 mm，宽 22 mm，高 14 mm；上口长 55 mm，宽 25 mm。见图 3－4。

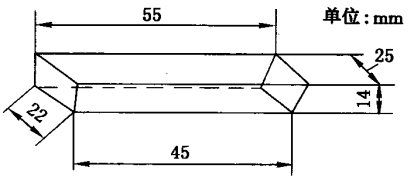


图 3－4　瓷灰皿

（3）测定步骤

在预先灼烧至质量恒定并已称量（称准至 0．0002 g）的灰皿中称取粒度小于 0．2 mm 的空气干燥煤样（1 ± 0．1）g（称准至 0．002 g），摇匀、摊平。放入温度不超过 100 ℃的马弗炉中，关上炉门使炉门留有 15 mm 左右的缝隙，在不少于 30 min 的时间内将炉温缓慢升至 500 ℃，并在此温度下保持 30 min。继续升温到（815 ± 10）℃，关严炉门，在此温度下灼烧 1 h。

从炉中取出灰皿，在空气中冷却 5 min 左右，移入干燥器冷却至室温（约 20 min）后称量。若灰分大于 15%，则进行检查性灼烧，每次 20 min，直到连续两次灼烧的质量变化不超过 0．001 g 为止，取最后一次灼烧后的质量为计算依据。

2．快速灰化法

（1）方法 A

①方法要点

将装有煤样的灰皿放在预先加热到（815 ± 10）℃的灰分快速测定仪的传送带上，煤样自动按一定程序送入仪器中完全灰化，然后送出。以残留物的质量占煤样质量的百分数作为灰分产率。

②仪器设备

快速灰分测定仪由马蹄形管式电炉和链式自动传送装置组成。马蹄形管式电炉膛长约 700 mm，底宽约 75 mm，高约 45 mm，两端敞口，轴向倾斜度为 5 ℃左右；恒温带［（815 ± 10）℃］长约 140 mm，750 ℃ ~ 825 ℃温度区约 270 mm，出口端温度不高于 100 ℃，链式自动传送装置是用耐高温金属制成，传送速度可调。

③测定步骤

将快速灰分测定仪预先加热至（815 ± 10）℃。开动传送带，传送速度调节到 17 mm/min 左右或其他合适的速度。

用预先灼烧至质量恒定的灰皿称量（称准至 0．0002 g），称取粒度小于 0．2 mm 的空气干燥煤样（0．5 ± 0．001）g（称准至 0．0002 g），摇匀、摊平。将盛有煤样的灰皿放在灰分快速测定仪的传送带上，灰皿自动送入炉中。当灰皿从炉口送出时，取下，在空气中冷却 5 min 左右，移入干燥器冷却至室温后称量。

（2）方法 B

①方法要点

将装有煤样的灰皿由炉口逐渐送入预先加热到（815 ± 10）℃的马弗炉中灰化并灼烧至质量恒定，以残留物的质量占煤样质量的百分数作为灰分产率。

②仪器设备同缓慢灰化法。

③测定步骤

称取煤样同缓慢灰化法。

将马弗炉加热到 850 ℃，打开炉门，把放有灰皿的耐热瓷板或石棉板缓慢地推入马弗炉中，先使第一排灰皿中的煤样灰化。待 5 ~ 10 min 后，煤样不再冒烟时，以不大于 2 mm/min 速度把二、三、四排灰皿顺序推入炉内炽热部分（若煤样着火发生爆燃，试

验应作废）关上炉门，在（815 ± 10）℃温度下灼烧 40 min。其余步骤同缓慢灰化法。也可将装有煤样的灰皿先慢慢推入已预热到 540 ℃的马弗炉中，关上炉门使炉门开缝约 15 mm，在 500 ℃下灼烧 30 min。把灰皿移至另一个已预热到 850 ℃的马弗炉中，关闭炉门，在（815 ± 10）℃的温度下灼烧 20 min。其余步骤同缓慢灰化法。

3．选煤厂生产检查煤样快速灰化法

此方法仅适合于选煤厂内快速测定精煤灰分。

（1）方法要点

称 0．5 g 空气干燥煤样，由炉口逐渐送入预先加热到（815 ± 10）℃的马弗炉中灰化，灼烧至质量恒定，以残留物的质量占煤样质量的百分数作为灰分产率。

（2）仪器设备

瓷灰皿可采用外径为 45 mm、底及壁厚 1 ~ 1.5 mm、边高 12 mm 的圆形瓷皿或能保持煤样质量在 15 mg/cm^2 以下的其他式样的瓷灰皿。

其他仪器设备同缓慢灰化法。

（3）测定步骤

在预先灼烧至质量恒定已称量（称准至 0．0002 g）的灰皿中称取粒度小于 0．2 mm 的空气干燥煤样（0．5 ± 0．05）g（称准至 0．0002 g），摇匀、摊平。

将盛有试样的灰皿置于敞开炉门温度已维持在（815 ± 10）℃的马弗炉口处停放约 3 min 后，再以约 6 min 的时间逐渐向炉内推进 50 mm 左右。当煤样表面已明显氧化变色后，推至（815 ± 10）℃恒温区内灼烧。在推进时若煤样着火发生爆燃，试验应作废。灼烧至不见火星后，灰分在 15% 以下者，继续灼烧 2 min；灰分在 15% 以上者，继续灼烧 5 ~ 7 min。取出灰皿，冷却片刻，移至干燥器中冷却至室温后称量。

生产过程中的内部检查的试样作单样，不进行检查性灼烧。

选煤厂内部资料用试样，应作重复测定。灰分大于 15% 时，需进行检查性灼烧，每次 5 min，直至连续两次灼烧质量变化小于 0．0005 g 为止，取最后一次灼烧后的质量为计算依据。

四、结果计算

空气干燥煤样的灰分产率按式（3 - 7）计算：

$$A_{ad} = \frac{m_1}{m} \times 100\% \tag{3-7}$$

式中　A_{ad}——空气干燥煤样的灰分产率，%；

m_1——残留物的质量，g；

m_1——空气干燥煤样的质量，g。

五、精密度

灰分测定的重复性和再现性见表 3－7。

表 3－7

灰分/%	＜15	15～30	＞30
重复性 A_d/%	0．20	0．30	0．50
再现性 A_d/%	0．30	0．50	0．70

六、几点说明

（1）影响灰分测定结果的主要因素有三个：一是黄铁矿氧化程度；二是碳酸盐（主要是方解石）分解程度；三是灰中固定下来的硫的多少。为了获得可靠的灰分测定结果必须做到：

①灰化温度保证达到 815 ℃，时间必须长达 1 h，这样才能保证碳酸盐完全分解及二氧化碳完全驱出。

②煤中黄铁矿和有机硫在 500 ℃以前就基本上完全氧化；而碳酸钙从 500 ℃开始分解，到 800 ℃完全分解。缓慢灰化法采用分段升温，即在 500 ℃停留 30 min 就可以使硫化铁和有机硫充分氧化并有足够的时间排除，避免生成硫酸钙。炉温升到（815 ± 10）℃并保持 1 h 就能使碳酸钙完全分解。

③灰化过程中应始终保持良好的通风状态，使硫氧化物一经生成就及时排出。因此要求马弗炉装烟囱，在炉门上有通风眼，灰化时炉门开启 15 mm 小缝，以使炉内空气可自然流通。

④瓷灰皿应按如图 3－4 所示尺寸，煤样质量为（1 ± 0．1）g，均匀、摊平在灰皿中，使其每平方厘米的质量不超过 0．15 g。如果局部过厚，一方面会燃烧不完全，另

一方面底部煤样中硫化物生成的二氧化硫不能释放出来，会被上部碳酸盐分解生成的氧化钙固定，使测值偏高。

(2) 管式炉快速灰化法使用轴向倾斜度为5°的马蹄形管式炉，中央段温度为（815±10)℃，两端有500 ℃恒温区，煤样从高的一端进入至500 ℃温度区时，其中硫被氧化而生成硫氧化物即由入口端逸出，而不会与已达到（815±10)℃区的煤样中的碳酸钙分解生成的氧化钙接触，从而可避免了硫被固定在灰中。

(3) 通常快速灰化法结果高于缓慢灰化法，因此快速灰化法更适合于含硫和含钙低的煤的灰分产率的测定。

(4) 选煤厂生产检查快速灰化法仅适用于选煤厂内部使用，要求每季与缓慢灰化法进行对比试验，用数理统计方法找出可能存在的系统偏差，必要时可进行校正。测定结果需换算成干燥基灰分再报出，空气干燥煤样的水分可按季测定，日常可采用经验值。

第四节　煤的挥发分测定、固定碳含量的计算和工业分析仪

挥发分是煤分类的主要指标，根据挥发分产率可以大致判断煤的变质程度；根据挥发分产率和焦渣特征可初步判断煤的加工利用性质和热值的高低。

一、挥发分测定原理

煤在规定条件下隔绝空气加热进行水分校正后的质量损失即为挥发分。去掉挥发分后的残渣叫焦渣。挥发分不是煤中原来固有的挥发性物质，而是煤在严格规定条件下，加热时的热分解产物，确切地说，煤中挥发分应叫挥发分产率。

煤在隔绝空气下加热，大致情况是：

<100 ℃煤中吸附的气体和部分水逸出，<110 ℃内水逸尽，至200 ℃化合水逸出，250 ℃第一次热解开始，有气体逸出，>350 ℃有焦油产生，550 ℃～600 ℃焦油逸尽，>600 ℃第二次热解开始，气体再度逸出冷凝得高温焦，900 ℃～1000 ℃分解停止，残留物为焦炭。

煤的挥发分主要是由水分、碳氢氧化物和碳氢化合物（CH_4 为主）组成，但物理吸附水（包括外在水和内在水）和矿物质生成二氧化碳不属挥发分范围。

煤的挥发分测定是一项规范性很强的试验，其结果完全取决于试验条件。其中试样质量、加热温度、加热时间、加热速度、坩埚的材质、形状和尺寸、试验设备的型号及坩锅架的大小、材料，在一定程度上均能影响挥发分的测定结果。

二、方法要点

称取一定量的空气干燥煤样，放在带盖的瓷坩埚中，在（900 ± 10）℃温度下隔绝空气加热 7 min，以减少的质量占煤样质量的百分数再减去该煤样水分含量作为挥发分产率。

三、仪器设备

挥发分坩埚：带有配合严密盖，的瓷坩埚，形状和尺寸如图 3 – 5 所示，坩埚总质量为 15 ~ 20 g。

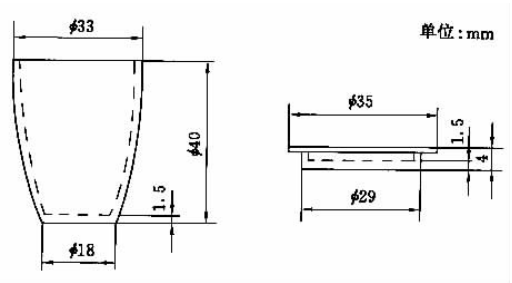


图 3 – 5　挥发分坩埚

①马弗炉：带有高温计和调温装置，温度能保持在（900 ± 10）℃，并有足够的恒温区。炉后壁有一排气孔和一插热电偶的小孔。小孔位置应使热电偶插入炉内后其热接点在坩埚底和炉底之间，间距炉底 20 ~ 30 mm 处。

②坩埚架：用镍铬丝或其他耐热金属丝制成，规格尺寸能使所有的坩埚都在马弗炉恒温区内，坩埚底部位于热电偶热接点上方，距炉底 20 ~ 30 mm 为准。见图 3 – 6 所示。

③坩埚架夹。

④分析天平：感量 0．0001 g。

⑤秒表。

⑥干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

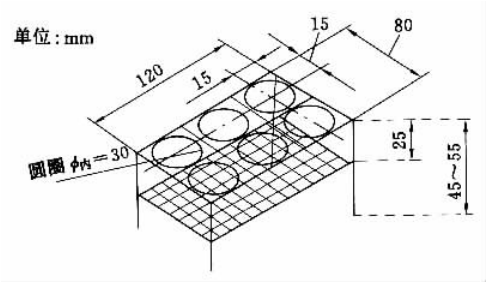


图 3－6　坩埚架

⑦压饼机：能压制直径为 10 mm 的煤饼。

四、测定步骤

用预先在 900 ℃温度下灼烧至质量恒定的带盖瓷坩埚，称取粒度小于 0．2 mm 的空气干燥煤样（1 ± 0．01）g（称准至 0.0002 g），然后轻轻摇动坩埚，使煤样摊平，盖上盖，放在坩埚架上。褐煤和长焰煤应预先压饼，并切成 3 mm 的小块。

将马弗炉预先加热至 920 ℃左右，打开炉门迅速将放有坩埚的架子送入恒温区，并关上炉门，必须在 3 min 内使炉温恢复至（900 ± 10）℃，否则此次试验作废。准确加热 7 min。从炉中取出坩埚，放在空气中冷却 5 min 左右，移入干燥器中冷却至室温（约 20 min）后称量。

五、焦渣特征

按下列规定区分焦渣特征，其序号即为焦渣特征代号。

（1）粉状——全部是粉末，没有相互粘着的颗粒。

（2）粘着——用手指轻碰即成粉末或基本上是粉末，其中较大的团块轻轻一碰即成粉末。

（3）弱粘结——用手指轻压即成小块。

（4）不熔融粘结——用手指使劲压才裂成小块，焦渣上表面无光泽，下表面稍有银白色光泽。

（5）不膨胀熔融粘结——焦渣形成扁平的块，煤粒的界线不易分清，焦渣上表面有明显银白色金属光泽，下表面银白色光泽更明显。

（6）微膨胀熔融粘结——用手指压不碎，焦渣的上、下表面均有银白色金属光泽，焦渣表面有较小的膨胀泡（或小气泡）。

（7）膨胀熔融粘结——焦渣上、下表面有银白色金属光泽，明显膨胀，但高度不超过 15 mm。

（8）强膨胀熔融粘结——焦渣上、下表面有银白色金属光泽，焦渣高度大于 15 mm。

六、结果计算

空气干燥煤样的挥发分 V_{ad} 按式（3－8）计算：

$$V_{ad} = \frac{m_1}{m} \times 100 - M_{ad} \tag{3-8}$$

当空气干燥煤样中碳酸盐二氧化碳含量为 2%～12% 时，则按式（3－9）计算：

$$V_{ad} = \frac{m_1}{m} \times 100 - M_{ad} - (CO_2)_{ad} \tag{3-9}$$

当空气干燥煤样中碳酸盐二氧化碳含量 > 12% 时，则按式（3－10）计算：

$$V_{ad} = \frac{m_1}{m} \times 100 - M_{ad} [(CO_2)_{ad} - (CO_2)_{ad(焦渣)}] \tag{3-10}$$

式中　V_{ad}——空气干燥煤样的挥发分产率，%；

m_1——煤样加热后减少的质量，g；

m——煤样质量，g；

M_{ad}——空气干燥煤样的水分含量，%；

$(CO_2)_{ad}$——空气干燥煤样中碳酸盐二氧化碳的含量，%；

$(CO_2)_{ad(焦渣)}$——焦渣中二氧化碳对煤样质量的百分数，%。

七、精密度

挥发分测定的重复性和再现性见表 3—8。

表 3－8

挥发分/%	< 20	20～40	> 40
重复性 V_d/%	0．30	0．50	0．80
再现性 V_d/%	0．50	1．00	1．00

八、注意事项

因为挥发分测定是一个规范性很强的试验项目，所以必须严格控制试验条件，尤其

是加热温度和加热时间。这两项试验条件我国和国际标准规定完全一致，为此必须做到：

(1) 测定温度应严格控制在 (900 ± 10)℃，要定期对热电偶及毫伏计进行严格的校正。定期测量马弗炉恒温区，测定时坩埚必须放在恒温区。

(2) 炉温应在 3 min 内恢复到 (900 ± 10)℃。因此马弗炉应经常验证其温度恢复速度是否符合要求，或手动控制。每次试验最好放同样数目的坩埚，以保证坩埚及其支架的热容量基本一致。

(3) 总加热时间（包括温度恢复时间）要严格控制在 7 min，用秒表计时。

(4) 坩埚应带有严密盖的瓷坩埚，形状、尺寸、总质量必须符合图 3 - 5 所示规定。

(5) 耐热金属做的坩埚架尺寸如图 3 - 6 所示，它受热时不能掉皮，若沾在坩埚上会影响测定结果。

(6) 坩埚从马弗炉取出后，在空气中冷却时间不宜过长，以防焦渣吸水。坩埚在称量前不能开盖。

(7) 褐煤、长焰煤水分和挥发分很高，如以松散状态放入 900℃炉中加热，则挥发分会骤然大量释放，把坩埚盖顶开带走碳粒，使结果偏高，而且重复性差。若将煤样压成饼，切成 3 mm 小块后，使试样紧密可减缓挥发分的释放速度，因而可有效地防止煤样爆燃、喷溅，使测定结果可靠稳定。

九、固定碳含量的计算

煤中固定碳含量不是实测的，而是从测定煤样的挥发分后的残渣中减去灰分后的残留物。通常用 100 减水分、灰分和挥发分得出，按式 (3 - 11) 计算：

$$FC_{ad} = 100 - (M_{ad} + A_{ad} + V_{ad}) \tag{3-11}$$

式中　FC_{ad}——空气干燥煤样的固定碳含量，%；

M_{ad}——空气干燥煤样的水分含量，%；

A_{ad}——空气干燥煤样的灰分产率，%；

V_{ad}——空气干燥煤样的挥发分产率，%。

十、工业分析仪

国际上煤的工业分析已朝仪器化发展，有些仪器可以一次完成工业分析的四个项

目，如美国 MAC－500 工业分析仪和 Fisher 工业分析仪。下面介绍 MAC－500 工业分析仪。

MAC－500 工业分析仪是美国 Leco 公司 1983 年研制成功并投放市场的。该测定仪可以连续测定煤的水分、灰分、挥发分和计算固定碳。分单炉和双炉两种类型，即一台控制仪可带一个炉子，也可带两个炉子。仪器内部有一个呈圆盘形的加热炉，炉子下部装有电子分析天平，天平的支座伸入炉内，通过圆盘传送带转动，每 7 s 可以自动称一只坩埚。传送带上一次可以装 20 个坩埚，其中 19 个坩埚内装试样，1 个作空白，以校正因温度变化及其他变量改变而造成坩埚质量的改变，MAC－500 工业分析仪将电子天平和微型计算机引用到工业分析中。炉温在氮保护气氛中保持在 106℃，测定水分，等所有坩埚质量恒定后，计算机自动计算并打印出水分结果。随即炉温升高到 900℃后持续 7 min，这时损失的质量就是挥发分，计算机自动计算打出结果。然后去掉坩埚盖，改变炉内为氧气气氛，温度降至 815℃，保持此温度到灼烧至质量恒定，坩埚内的剩余物即为煤的灰分，这时计算机又记录下煤的灰分产率。根据水分、挥发分和灰分三项结果计算出固定碳的含量。

这种分析仪对炉温、气氛进行自动控制，并可根据要求调整，电子天平按要求自动称量，达到恒量后，计算机自动计量打印后再进入下一个程序。结果重现性好，操作简便，效率高。

第五节　煤中全硫的测定

所有的煤中都含有数量不等的硫。煤中硫含量的高低与成煤时代的沉积环境有密切关系。海陆交互相沉积的煤中硫含量普遍较高，而陆相沉积的煤中硫含量较低。硫是一种有害元素，含硫量高的煤，供动力、气化或炼焦使用时都会带来很大的危害，所以硫含量是评价煤质的重要指标之一。脱除煤中硫是煤炭加工利用的一个重要问题。

煤中硫通常可分为有机硫和无机硫两大类。无机硫包括硫化物硫、硫酸盐硫和微量元素硫。

硫化物硫中以黄铁矿为主，还有少量的白铁矿，两者组成都是 FeS_2，不同的是在晶

体结构上。此外还有少量闪锌矿 ZnS、方铅矿 PbS、黄铜矿 $Fe_2S_3 \cdot CuS$ 和砷黄铁矿 $FeS_2 \cdot FeAs_2$ 等。硫酸盐硫主要存在形式是石膏 $CaSO_4 \cdot 2H_2O$，还有少量硫酸亚铁 $FeSO_4 \cdot 7H_2O$。有机硫组成复杂，常以硫醚、二硫化物、巯基、杂环硫等键的形式存在于煤的大分子结构中。

根据煤中存在的不同形态硫能否在空气中燃烧，又可分为可燃硫和不可燃硫。有机硫、硫铁矿硫和单质硫都能在空气中燃烧，是可燃硫，硫酸盐硫是不可燃硫，在煤燃烧过程中仍旧存在于煤灰中。

煤中各种形态硫的总和叫全硫 S_t，是硫酸盐硫 S_s、硫铁矿硫 S_p 和有机硫 S_o 的总和，即：$S_t = S_s + S_p + S_o$。

测定煤中全硫有艾士卡法、库仑滴定法和高温燃烧中和法。艾士卡法作仲裁分析用，其他两种方法属快速法。

一、艾士卡法

1．测定原理

用艾士卡试剂（2 份轻质氧化镁和 1 份无水碳酸钠混合）与煤样混匀共同燃烧。煤中可燃硫在燃烧时均被氧化为二氧化硫和少量的三氧化硫，然后与碳酸钠和氧化镁生成可溶性硫酸盐——硫酸钠和硫酸镁。煤中的硫酸钙与碳酸钠进行复分解反应转化为硫酸钠，艾士卡试剂中的氧化镁除将硫氧化物转变为硫酸镁外，更主要是防止硫酸钠在较低温度下熔化，使反应物保持疏松状态，增加煤与空气接触机会。因此无论是煤中的可燃硫或不可燃硫在半熔过程中都能转化成硫酸钠。

经半熔后的熔块，用水抽提，硫酸钠溶入水中，同时未作用完的碳酸钠也进入水中，并部分进行水解，因此水溶液呈碱性。调节溶液 pH 值，使其呈酸性，pH 值为 1～2，目的是消除碳酸根离子，防止其与钡离子生成碳酸钡沉淀。

加入氯化钡，硫酸钠和硫酸镁均生成硫酸钡沉淀。

艾士卡法测定全硫的主要反应：

（1）煤的氧化作用

$$煤 \xrightarrow[空气]{O_2} CO_2\uparrow + H_2O + N_2\uparrow + SO_2\uparrow + SO_3\uparrow$$

（2）氧化硫的固定作用

$$2Na_2CO_3 + 2SO_2 + O_2\ (空气) \xrightarrow{\triangle} 2Na_2SO_4 + 2CO_2\uparrow$$

$$Na_2CO_3 + SO_3 \xrightarrow{\triangle} Na_2SO_4 + CO_2\uparrow$$

$$MgO + SO_3 \xrightarrow{\triangle} MgSO_4$$

$$2MgO + 2SO_2 + O_2\ (空气) \xrightarrow{\triangle} 2MgSO_4$$

（3）硫酸盐的转化作用

$$CaSO_4 + Na_2CO_3 \xrightarrow{\triangle} CaCO_3 + Na_2SO_4$$

（4）硫酸盐的沉淀作用

$$MgSO_4 + Na_2SO_4 + 2BaCl_2 \longrightarrow 2BaSO_4 + 2NaCl + MgCl_2$$

2．方法要点

将煤样与艾士卡试剂混合灼烧，使煤中硫全部转化为硫酸盐，然后使硫酸根离子生成硫酸钡沉淀，根据硫酸钡的质量计算煤中全硫的含量。

3．试剂

（1）艾士卡试剂（简称艾氏剂）：以 2 份质量化学纯的轻质氧化镁和 1 份质量化学纯的无水碳酸钠混匀研磨至粒度小于 0．2 mm 后，保存在密闭容器中。

（2）10%氯化钡溶液：10 g 化学纯氯化钡加 100 mL 蒸馏水配成的溶液滤去不溶物。

（3）1 + 1 盐酸溶液：1 份体积化学纯盐酸和 1 份体积蒸馏水。

（4）1%硝酸银溶液：1g 分析纯硝酸银加 100 mL 蒸馏水，溶解后储于深色瓶中，再加入几滴浓硝酸。

（5）0．2%甲基橙指示剂：0．2 g 甲基橙加 100 mL 蒸馏水配成的溶液。

4．仪器设备

（1）分析天平：感量 0．0001 g。

（2）马弗炉：带测温和控温仪表，能升温到 900℃，温度可调并可通风。

（3）瓷坩埚：容量 30 mL 和 10～20 mL 两种。

5．试验步骤

于 30 mL 坩埚内称取粒度小于 0．2 mm 的空气干燥煤样 1 g（称准至 0．0002 g），当全硫含量超过 8%时，称取 0．5 g，与 2 g 艾氏剂（称准至 0．1 g）仔细混匀，上面再覆

盖 1 g 艾氏剂。将装有试样的坩埚放入马弗炉中，在 1 ~ 2h 内将马弗炉从室温逐渐升温至 800℃ ~ 850℃，并在此温度下继续灼烧 1 ~ 2 h。

取出坩埚，冷却到室温。用玻璃棒将坩埚内熔块搅松捣碎，如发现有未烧尽的黑色颗粒，应继续灼热 0．5 h。将捣碎的熔块放入 400 mL 烧杯中，并用热蒸馏水冲洗坩埚内壁，将冲洗液收入烧杯中，再加入 100 ~ 150 mL 刚煮沸的蒸馏水，充分搅拌。如果此时尚有黑色煤粒漂浮在液面上，则本次测定作废。

用中性定性滤纸以倾泻法过滤，用热蒸馏水冲洗三次，然后将残渣移入滤纸，并仔细清洗至少 10 次，洗液总体积约 250 ~ 300 mL。

向滤液中滴 2 ~ 3 滴甲基橙指示剂，然后滴加 1 + 1 盐酸到滤液呈中性后再加 2 mL 使溶液呈微酸性。将溶液加热到沸腾，在不断搅拌下慢慢滴加 10% 氯化钡溶液 10 mL，在近沸状态下保持约 2 h，最后使溶液体积为 200 mL 左右。

将溶液冷却或静置过夜后用致密无灰定量滤纸过滤，并用热蒸馏水洗至无氯离子（洗液用 1% 硝酸银溶液至不产生白色混浊物）。将沉淀连同滤纸移入已灼烧至恒重的已知质量的 10 ~ 20 mL 瓷坩埚中，先低温灰化滤纸，然后在 800℃ ~ 850℃马弗炉内灼烧 20 ~ 40 min，取出后，先在空气中冷却再移入干燥器中冷却到室温．，称量（称准至 0．0002g）。

每配制一批艾氏剂或改换其他试剂时，应在相同的条件下做空白试验（只加试剂不加煤样），重复试验两次，空白值之差不得大于 0．001 g，取算术平均值作为空白值。

6．结果计算

煤中全硫含量按式（3 - 12）计算

$$S_{t,ad} = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1374}{m} \times 100\% \qquad (3-12)$$

式中　$S_{t,ad}$——空气干燥煤样全硫含量，%；

m_1——硫酸钡的质量，g；

m_2——空白试验硫酸钡的质量，g；

0．1374——由硫酸钡换算为硫的系数；

m——空气干燥煤样的质量，g。

7．精密度

全硫测定的精密度见表 3－9。

表 3－9　全硫测定的精密度

S_t/%	<1	1～4	>4
重复性 $S_{t,ad}$/%	0．05	0．10	0．20
再现性 $S_{t,d}$/%	0．10	0．20	0．30

8．注意事项

（1）为避免煤中挥发性硫化物及煤中硫燃烧或分解生成的硫氧化物很快逸出，来不及与艾氏剂作用而造成测值偏低，必须将装有煤样和艾氏剂的坩埚置于通风良好的冷马弗炉中。在 1～2 h 内将马弗炉的温度由室温升到 800℃～850℃，并在此温度下继续灼烧 1～2 h。如发现有未烧尽的黑色颗粒，应继续灼烧。

（2）在用水抽提、洗涤时，溶液体积不宜过大。当加入氯化钡溶液后，最后体积应在 200 mL 左右为宜。若硫酸钡溶液体积太大，会使测定值偏低。在 200 mL 的溶液体积中，把所溶解的硫酸钡量换算成含硫量，要求不超过万分之一的分析天平的称量误差。

（3）必须在弱酸性溶液中进行沉淀。对于硫酸钡沉淀，在酸性溶液中：$BaSO_4 + H^+ \rightarrow Ba^{2+} + HSO_4^-$，由于 HSO_4^- 的离解常数 k 不大（$k = 1.0 \times 10^{-2}$），可以认为是一种弱酸。所以，当溶液酸度增加时，会使上述反应向右进行，使硫酸钡沉淀溶解。

为了中和艾氏剂中的碳酸盐，使其不生成碳酸钡沉淀，以及使硫酸钡生成大颗粒结晶和提高结晶的纯度，需要将溶液酸化；为了尽量降低酸效应，必须将溶液控制在微酸性。当溶液体积在 200 mL 时，溶液的酸度约为 0．06 mol/L，这是硫酸钡沉淀的适宜酸度（约 0．05 mol/L），以避免酸效应。

（4）沉淀应当在适当稀的溶液中进行，因为相对过饱和度不大，容易得到易滤、易洗的大颗粒晶形沉淀。由于晶粒大，比表面小，溶液稀，杂质的浓度相应减少，所以杂质共沉淀的现象也相应减少，有利于得到纯净的沉淀。但溶液不能太稀，否则沉淀溶解引起损失。

（5）沉淀应在热溶液中进行，因为沉淀的溶解度随温度的升高而增大，沉淀吸附杂质量减少。另外在热溶液中进行沉淀，有利于生成大颗粒的纯净沉淀。但应冷却至室温或静置过夜后再过滤，以减少沉淀溶解的损失。

(6) 沉淀析出完全后，加热保持近沸点状态 2 h，并放置冷却可使小晶粒逐渐溶解，大晶粒更为长大，使沉淀更加纯净。

(7) 灼烧硫酸钡沉淀先要在马弗炉内进行低温灰化滤纸，待滤纸灰化完全后再灼烧，否则滤纸着火燃烧，沉淀会被热气流带出，使结果偏低。同时，要有足够的空气将滤纸灰化，否则硫酸钡有可能会被所生成的碳黑还原成硫化钡，也使结果偏低，$BaSO_4 + 4C \longrightarrow 4CO\uparrow + BaS$。

(8) 空白值的大小主要取决于所用艾氏剂中氧化镁的含硫量。空白值太大时，称取艾氏剂需准确，否则会影响测定精确度。一般空白值都不会超过 0.007 g ($BaSO_4$)。

二、库仑滴定法

1. 测定原理

煤样在 1150℃高温和催化剂作用下，在空气流中燃烧，煤中各种形态硫均被氧化和分解成二氧化硫和少量三氧化硫。

有机硫 $+ O_2 \longrightarrow CO_2 + H_2O + SO_2 + \cdots$

$4FeS_2 + 11O_2 \longrightarrow 2Fe_2O_3 + 8SO_2$

$2MSO_4 \longrightarrow 2MO + 2SO_2 + O_2$ (M 指金属元素)

$2SO_2 + O_2 \rightleftharpoons 2SO_3$

生成的硫氧化物被空气流带到电解池内，与水化合生成亚硫酸和少量硫酸。电解池内装有碘化钾一溴化钾溶液，有一对铂指示电极，一对铂电解电极。在硫氧化物进入电解池之前，指示电极对上存在着以下动态平衡：

$$2I^- - 2e \rightleftharpoons I_2$$

$$2Br^- - 2e \rightleftharpoons Br_2$$

二氧化硫进入溶液后与其中的碘和溴发生反应：

$$I_2 + SO_2 + 2H_2O \longrightarrow 2I^- + SO_4^{2-} + 4H^+$$

$$Br_2 + SO_2 + 2H_2O \longrightarrow 2Br^- + SO_4^{2-} + 4H^+$$

此时，指示电极对上的动态平衡被破坏，指示电极对的电位改变，引起电解电流增加，不断地电解出碘和溴，直至溶液中没有二氧化硫进入，电解产生的碘和溴不再被消耗，电极电位即恢复到滴定前的水平并重新建立动态平衡，电解碘和溴的行为停止。电