

煤的工业分析方法

学习人生

一、水分的测定

a、方法A（通氮干燥法）适用于所有煤种，方法B（空气干燥法）仅适用于烟煤和无烟煤。

b、在仲裁分析中遇到有用空气干燥煤样水分进行校正以及基的换算时，应用方法A测定空气干燥煤样的水分。

方法A：通氮干燥法

1、**方法提要**：称取一定量的空气干燥煤样，置于**105~110℃**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的质量分数。

2、**试剂**：（1）氮气：纯度**99.9%**含氧量小于**0.01%**。（2）无水氯化钙（HGB 3208）：化学纯，粒状。（3）变色硅胶：工业用品。

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，并带有自动控温装置，能保持温度在**105~110℃**范围内。（2）**玻璃称量瓶**：直径**40mm**，高**25mm**，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）**干燥塔**：容量**250ml**，内装干燥剂。

（5）**流量计**：量程为**100~1000mL/min**。（6）**分析天平**：感量**0.1mg**。

4、**分析步骤**：（1）在预先干燥和已称量过的称量瓶内称取粒度小于**0.2mm**的空气干燥煤样（**1±0.1**）g，称准至**0.0002g**平摊在称量瓶中。（2）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**1.5h**，褐煤和无烟煤干燥**2h**。（注：在称量瓶放入干燥箱前**10min**开始通氮气，氮气流量以每小时换气15次为准。）（3）从干燥箱中取出称量瓶，立即盖上盖，放入干燥器中冷却至室温（约**20min**）后称量。（4）进行检查性干燥，每次**30min**直到连续两次干燥煤样质量的减少不超过**0.0010g**或质量增加时为止。在后一种情况下，采用质量增加前一次的质量为计算依据。水分在**2.00%**以下时，不必进行检查性干燥。

方法B：空气干燥法

1、**方法提要**：称取一定量的空气干燥煤样，置于**105~110℃**干燥箱内，于空气流中干燥到到质量恒定。根据煤样的质量损失计算出水分的质量分数。

2、**仪器设备**：（1）**鼓风干燥箱**：带有自动控温装置，能保持温度在**105~110℃**范围内。（2）**玻璃称量瓶**：直径**40mm**，高**25mm**，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**0.1mg**。

3、**分析步骤**：（1）在预先干燥并已称量过的称量瓶内称取粒度小于**0.2mm**的空气干燥煤样（**1±0.1**）g，称准至**0.0002g**，平摊在称量瓶中。（2）打开称量瓶盖，放入预先鼓风并已加热到**105~110℃**的干燥箱中。在一直鼓风的条件下，烟煤干燥**1h**，无烟煤干燥**1~1.5h**。（注：预先鼓风是为了使温度均匀。将装有煤样的称量瓶放入干燥箱前**3~5min**就开始鼓风。）（3）从干燥箱中取出称量瓶，立即盖上盖，放入干燥器中冷却至室温（约**20min**）后称量。（4）进行检查性干燥，每次**30min**，直到连续两次干燥煤样的质量减少不超过**0.0010g**或质量增加时为止。在后一种情况下，采用质量增加前一次的质量为计算依据。水分在**2.00%**以下时，不必进行检查性干燥。

结果计算：

空气干燥煤样的水分=煤样干燥后失去的重量÷称取的煤样重量

$$M_{ad} = m_1 / m$$

水分测定的精密度：

水分 $M_{ad}/\%$	重复性限/ $\%$
<5.00	0.20
5.00~10.00	0.30

>10.00

0.40

二、灰分的测定

a、包括缓慢灰化法和快速灰化法。缓慢灰化法为仲裁法。

缓慢灰化法:

1、**方法提要:**称取一定量的空气干燥煤样,放入马弗炉中,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煤样的灰分。

2、**仪器设备:**(1) **马弗炉:**炉膛具有足够的恒温区,能保持温度为(815±10)℃。炉后壁的上部带有直径为(25~30)mm的烟囱,下部离炉膛底(20~30)mm处有一个插热电偶的小孔,炉门上有一个直径为20mm的通气孔。马弗炉的恒温区应在关闭炉门下测定,并至少每年测定一次,高温计(包括毫伏计和热电偶)至少每年校准一次。(2) **灰皿:**瓷质,长方形,底长45mm,底宽22mm,高14mm。(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0.1mg。(5) 耐热瓷板或石棉板。

3、**分析步骤:**(1) 在预先灼烧至质量恒定的灰皿中,称取粒度小于0.2mm的空气干燥煤样(1±0.1)g,称准至0.0002g,均匀地摊平在灰皿中,使其每平方厘米的质量不超过0.15g。(2) 将灰皿送入炉温不超过100℃的马弗炉恒温区中,关上炉门并使炉门留有15mm左右的缝隙。在不少于30min的时间内将炉温缓慢升至500℃,并在此温度下保持30min。继续升温到(815±10)℃,并在此温度下灼烧1h。(3) 从炉中取出灰皿,放在耐热瓷板或石棉板上,在空气中冷却5min左右,移入干燥器中冷却至室温(约20min)后称量。(4) 进行检查性灼烧,每次20min,直到连续两次灼烧后的质量变化不超过0.0010g为止。以最后一次灼烧后的质量为计算依据。灰分低于15.00%时,不必进行检查性灼烧。

快速灰化法:方法A和方法B

快速灰化法方法A:

1、**方法提要:**将装有煤样的灰皿放在预先加热至(815±10)℃的灰分快速测定仪的传送带上,煤样自动送入仪器内完全灰化,然后送出。以残留物的质量占煤样质量的百分数作为煤样的灰分。

2、**专用仪器:**快速灰分测定仪。

3、**分析步骤:**(1) 将快速灰分测定仪预先加热至(815±10)℃。(2) 开动传送带并将其传送速度调节到17mm/min左右或其它合适的速度。(注:对于新的灰分快速测定仪,应对不同煤种进行与缓慢灰化法的对比试验,根据对比试验结果及煤的灰化情况,调节传送带的传送速度。)(3) 在预先灼烧至质量恒定的灰皿中,称取粒度小于0.2mm的空气干燥煤样(0.5±0.01)g,称准至0.0002g,均匀地摊平在灰皿中,使其每平方厘米的质量不超过0.08g。(4) 将盛有煤样的灰皿放在快速灰分测定仪的传送带上,灰皿即自动送入炉中。(5) 当灰皿从炉内送出时,取下,放在耐热瓷板或石棉板上,在空气中冷却5min左右,移入干燥器中冷却至室温(约20min)后称量。

快速灰化法方法B:

1、**方法提要:**将装有煤样的灰皿由炉外逐渐送入预先加热至(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煤样的灰分。

2、**仪器设备:**(1) **马弗炉:**炉膛具有足够的恒温区,能保持温度为(815±10)℃。炉后壁的上部带有直径为(25~30)mm的烟囱,下部离炉膛底(20~30)mm处有一个插热电偶的小孔,炉门上有一个直径为20mm的通气孔。马弗炉的恒温区应在关闭炉门下测定,并至少每年测定一次,高温计(包括毫伏计和热电偶)至少每年校准一次。(2) **灰皿:**瓷质,长方形,底长45mm,底宽22mm,高14mm。(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0.1mg。(5) 耐热瓷板或石棉板。

3、**分析步骤:**(1) 在预先灼烧至质量恒定的灰皿中,称取粒度小于0.2mm的空气干燥煤样(1±0.1)g,称准至0.0002g,均匀地摊平在灰皿中,使其每平方厘米的质量不超过0.15g。将盛有煤样的灰皿预先分排放在耐热瓷板或石棉板上。(2) 将马弗炉加热到850℃,打开炉门,将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5~10min后煤样不再冒烟时,以每分

钟不大于**2cm**的速度把其余各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。）

（3）关上炉门，在（**815±10**）℃温度下灼烧**40min**。（4）从炉中取出灰皿，放在空气中冷却**5min**左右，移入干燥器中冷却至室温（约**20min**）后称量。（5）进行检查性灼烧，每次**20min**，直到连续两次灼烧后的质量变化不超过**0.0010g**为止。以最后一次灼烧后的质量为计算依据。如遇检查性灼烧时结果不稳定，应改用缓慢灰化法重新测定。灰分低于**15.00%**时，不必进行检查性灼烧。

结果的计算及灰分测定的精密度：

空气干燥煤样的灰分=灼烧后残留物的质量÷煤样的质量		$A_{ad} = m_1 / m$	
灰分 / %	重复性限 $A_{ad}/%$	再现性临界差 $A_{ad}/%$	
<15.00	0.20	0.30	
15.00~30.00	0.30	0.50	
>30.00	0.50	0.70	

三、挥发分的测定：

1、方法提要：称取一定量的空气干燥煤样，放在带盖的瓷坩埚中，在（**900±10**）℃下，隔绝空气加热**7min**，以减少的质量占煤样质量的百分数，减去该煤样的水分含量作为煤样的挥发分。

2、仪器、设备：（1）挥发分坩埚：带有配合严密盖的瓷坩埚，形状（口大 ϕ 33mm 底小 ϕ 18mm 高 40mm

厚度 1.5mm，盖内层 ϕ 20mm 外层 ϕ 35mm 内层凹陷 2.5mm 总厚度 4mm 即厚度仍为 1.5mm）坩埚总质量为 15~20g。

（2）

马弗炉：带有高温计和调温装置，能保持温度在（**900±10**）℃，并有足够的（**900±5**）℃的恒温区。炉子的热

容量为当起始温度为**920℃**时，放入室温下的坩埚架和若干坩埚，关闭炉门后，在**3min**内恢复到（**900±10**）

℃。炉后壁有一个排气孔和一个插热电偶的小孔。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，距炉底**20~30mm**处。马弗炉的恒温区应在关闭炉门下测定，并至少每年测定一次，高温计（包括毫伏计和热电偶）至

少每年校准一次。（3）坩埚架：用镍铬丝或其它耐热金属丝制成，其规格尺寸以能使所有的坩埚都在马弗炉恒温

区内，并且坩埚底部紧邻热电偶热接点上方。（4）坩埚架夹（5）干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

（6）分析天平：感量**0.1mg**。（7）压饼机：螺旋式或杠杆式压饼机，能压制直径约**10mm**的煤饼。（8）秒表。

3、分析步骤：（1）在预先于**900℃**温度下灼烧至质量恒定的带盖瓷坩埚中，称取粒度小于**0.2mm**的空气干燥煤样（**1±0.01**）g（称准至**0.0002g**），然后轻轻振动坩埚，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，并切成约**3mm**的小块。）（2）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，立即关上炉门并计时，准确加热**7min**。坩埚及架子放入后，要求炉温在**3min**内恢复至（**900±10**）℃，此后保持在（**900±10**）℃，否则此次试验作废。加热时间包括温度恢复时间在內。（3）从炉中取出坩埚，放在空气中冷却**5min**左右，移入干燥器中冷却至室温（约**20min**）后称量。

4、焦渣特征分类

测定挥发分所得焦渣特征，按下列规定加以区分：

（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——以手指用力压才裂成小块，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, 但焦渣表面具有较小的膨胀泡(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**15mm**。

(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**15mm**。

结果的计算:

空气干燥煤样的挥发分=煤样加热后减少的质量÷空气干燥煤样的质量×100-空气干燥煤样的水分

$$V_{ad} = (m_1 / m) \times 100 - M_{ad}$$

挥发分测定的精密度:

挥发分 / %	重复性限 V_{ad} / %	再现性临界差 V_d / %
<20.00	0.30	0.50
20.00~40.00	0.50	1.00
>40.00	0.80	1.50

四、固定碳的计算:

$$FC_{ad} = 100 - (M_{ad} + A_{ad} + V_{ad})$$

五、空气干燥基挥发分换算成干燥无灰基挥发分及干燥无矿物质基挥发分

(1) 干燥无灰基挥发分: $V_{daf} = \frac{V_{ad} \times 100}{(100 - M_{ad} - A_{ad})}$

(2) 当空气干燥煤样中碳酸盐二氧化碳质量分数为2%~12%时, 则: $V_{daf} = \frac{V_{ad} - (CO_2)_{ad}}{100 - M_{ad} - A_{ad}}$

(3) 当空气干燥煤样中碳酸盐二氧化碳质量分数大于12%时 $V_{daf} = \frac{V_{ad} - [(CO_2)_{ad} - (CO_2)_{ad(焦渣)}]}{100 - M_{ad} - A_{ad}}$

六、干燥无矿物质基挥发分: $V_{dmmf} = \frac{V_{ad} \times 100}{100 - (M_{ad} + M_{Mad})}$

当空气干燥煤样中碳酸盐二氧化碳质量分数为2%~12%时则: $V_{dmmf} = \frac{V_{ad} - (CO_2)_{ad}}{100 - (M_{ad} + M_{Mad})}$

当空气干燥煤样中碳酸盐二氧化碳质量分数大于12%时, $V_{dmmf} = \frac{V_{ad} - [(CO_2)_{ad} - (CO_2)_{ad(焦渣)}]}{100 - (M_{ad} + M_{Mad})}$

$(CO_2)_{ad}$ ——空气干燥煤样中碳酸盐二氧化碳的质量分数

$(CO_2)_{ad(焦渣)}$ ——焦渣中二氧化碳对煤样量的质量分数

V_{dmmf} ——干燥无矿物质基挥发分

M_{Mad} ——空气干燥基煤样的矿物质质量分数