

矿产资源利用 专业实验

主 编 张继龙 梁 鹏



國防工業出版社

National Defense Industry Press

矿产资源利用专业实验

Mineral resources utilization specialized experiments

主编 张继龙 梁鹏

副主编 张华伟 易群 张小超

国防工业出版社

· 北京 ·

内 容 简 介

本实验教材内容涵盖了矿产资源分析的主要实验,全书共分4章,所需学时约64学时(其中实践约40学时),主要介绍了矿产资源的专业术语及分析实验方法、煤矿资源分析实验、石油矿产资源分析实验和天然气矿产资源分析实验等矿产资源的分析测试方法。

本书以国家标准、行业标准为依据,数据的准确性和可靠性强,可作为高等学校矿业工程、矿物加工工程、化学工程与工艺、能源化工等专业实验教材,也可供从事能源、矿产、煤化工、石油化工、天然气、环保等专业设计、生产、科研的技术人员及相关专业师生参考。

图书在版编目(CIP)数据

矿产资源利用专业实验/张继龙,梁鹏主编. —北京:
国防工业出版社,2015.8
ISBN 978-7-118-10300-7

I. ①矿… II. ①张… ②梁… III. ①矿产资源—
资源利用—分析—实验 IV. ①TD98-33

中国版本图书馆CIP数据核字(2015)第200291号

※

国防工业出版社出版发行

(北京市海淀区紫竹院南路23号 邮政编码100048)

中北大学印刷厂印刷

新华书店经售

*

开本 787×1092 1/16 印张 15¼ 字数 228千字

2015年8月第1版第1次印刷 印数1—2000册 定价32.00元

(本书如有印装错误,我社负责调换)

国防书店:(010)88540777

发行邮购:(010)88540776

发行传真:(010)88540755

发行业务:(010)88540717

前 言

为了进一步提高本科教学质量,努力构建多层次、多规格的复合型人才培养模式,造就适应经济社会发展的高素质人才,本书紧密围绕“十二五”教学计划修订意见的指导思想,依靠专业优势,彰显专业特色,加强实践环节,培养创新人才。“深化实践教学改革,强调以学生创新精神和实践能力培养为出发点,根据人才培养目标和培养规格的要求,结合专业特点,重新审定实践性教学环节,合理配置实践教学资源,研究理解内涵、广开渠道、挖掘潜力、提高质量,将学生的自主实践纳入培养体系”。矿物加工工程属于国家工程教育专业认证标准中规定的专业,实践环节的安排要高于认证标准中的要求。

鉴于上述要求,本书在矿产资源综合利用方向紧密结合当前中国经济持续快速发展状况,在煤基资源转化利用等优势课程的发展基础上,进一步扩展石油、天然气等矿产资源利用途径和方向,丰富和完善教学体系,开拓学生思维和视野。矿产资源利用专业实验是本专业方向重点的实践环节,涉及煤炭、石油、天然气等的生产、加工、转化和利用,对于培养学生的动手能力和创新实践能力十分重要。

在本书编写过程中,我们根据多年的教学实践经验和教学体会,充分考虑“矿产资源利用专业实验”知识体系的系统性和完整性,从学生的角度出发精心选择材料,并根据最新的国家标准和行业标准编写相关实验内容。全书分为4章,内容包括:矿产资源相关术语和分析方法,煤类矿产资源分析实验(煤的工业分析、全硫含量测定、发热量的测定、煤黏结指数的测定、坩埚膨胀序数的测定、灰熔融性的测定、密度的测定、煤中腐植酸产率的测定、煤灰成分的分析测定、煤种矿物质含量的测定等),石油矿产资源分析实验(石油的酸值测定、黏度计算、水分测定、闪点和燃点测定、密度测定、十六烷值和辛烷值的测定),天然气类矿产资源分析实验(天然气发热量和密度计算、组成分析、水露点测定)等。

本书由太原理工大学张继龙主编并校稿,山东科技大学梁鹏、张华伟,太原理工大学张小超、易群等老师参与了部分章节的规划和编写工作。第一章由梁鹏、张华伟负责编写,第二章和第四章由张继龙负责编写,第三章由易群负责编写,实验报告由张小超负责编写。

限于编者水平,书中难免有疏漏和错误之处,恳请使用的学生和老师批评指正。

编 者
2015 年 1 月

目 录

第一章 矿产资源利用专业实验一般规定	1
第一节 矿产资源分析常用术语	1
第二节 矿产资源分析实验方法一般规定	6
第二章 煤类矿产资源分析实验	8
实验一 煤的工业分析	8
实验二 煤中全硫含量的测定	21
实验三 煤炭发热量的测定	30
实验四 烟煤黏结指数的测定	41
实验五 烟煤坩埚膨胀序数的测定(电热法)	45
实验六 煤灰熔融性的测定	48
实验七 煤中腐植酸产率的测定	52
实验八 煤的真相对密度和视相对密度的测定	56
实验九 煤中矿物质含量的测定	62
实验十 显微煤岩组分的识别(薄片、光片)	65
实验十一 煤灰成分的分析 and 测定	69
第三章 石油矿产资源分析实验	94
实验十二 石油酸值的测定	94
实验十三 石油产品运动黏度测定法和动力黏度计算法	96
实验十四 石油产品水分的测定	100
实验十五 石油产品闪点和燃点的测定	103
实验十六 石油产品密度的测定	106
实验十七 柴油十六烷值的测定	109
实验十八 汽油辛烷值的测定	113
第四章 天然气类矿产资源分析实验	128
实验十九 天然气发热量、密度、相对密度的计算方法	128
实验二十 天然气水露点的测定	140
实验二十一 天然气的组分分析	141
参考文献	150

第一章 矿产资源利用专业实验一般规定

第一节 矿产资源分析常用术语

一、矿产及其产品

1. 煤及其产品

(1) 煤:常称煤炭,是指植物在有水的环境下经过生物化学作用再沉降到地层深处,经覆盖层压力、地热温度等因素作用,转化而成的固体有机可燃沉积岩。

(2) 毛煤:从煤矿生产出来,未经任何加工处理的煤。

(3) 原煤:从毛煤中选出一定粒度以上矸石(包括黄铁矿等杂物)后的煤。

(4) 商品煤:作为商品出售的煤。

(5) 标准煤:又称煤当量,具有统一的热值标准。我国规定每千克标准煤热值为7000kcal(29.27MJ)。

(6) 动力煤:指用于动力原料的煤炭。一般狭义上指用于火力发电的煤。

(7) 水煤浆:将煤、水和少量添加剂经过磨碎等物理加工制成的具有一定煤粉细度、能流动、稳定的含水浆体。

2. 石油及其产品

(1) 原油:即石油,是一种黏稠的、深褐色(有时有点绿色)的液体。是石油刚开采出来未经提炼或加工的物质。它由不同的碳氢化合物混合组成,其主要组成成分是烷烃,此外还含硫、氧、氮、磷、钒等元素。

(2) 汽油:外观为透明液体、可燃,主要成分为C₄~C₁₂脂肪烃和环烃类,并含少量芳香烃和硫化物。按辛烷值我国采用90、93、97三个型号,台湾采用92、95、98三个型号,美国采用87(Regular)、89(Midgrade)、93(Premium)三个档次。

(3) 柴油:是轻质石油产品,复杂烃类(碳原子数10~22)混合物。

3. 天然气及其产品

(1) 天然气:是一种多组分的混合气态化石燃料,主要成分是烷烃,其中甲烷占绝大多数,另有少量的乙烷、丙烷和丁烷。

(2) 煤层气:是指储存在煤层中以甲烷为主要成分、以吸附在煤基质颗粒表面为主、部分游离于煤孔隙中或溶解于煤层水中的烃类气体,是煤的伴生矿产资源,属非常规天然气,是近一二十年在国际上崛起的洁净、优质能源和化工原料。

(3) 沼气:是指各种有机物质,在隔绝空气(还原条件),并在适宜的温度、pH值下,经过微生物的发酵作用产生的一种可燃烧气体。沼气属于二次能源,并且是可再生能源。

二、矿产分析术语

1. 煤质分析术语

(1) 煤样:为测定煤的某些特性或组成,按照一定程序从一批煤中抽取出来的,具有代表性的一小部分煤。

(2) 采样:从大量煤中采集有代表性的一部分煤的程序和过程。

(3) 批:需要进行整体性质测定的一个独立煤的全部。

(4) 哈氏可磨性指数:由哈德格罗夫提出的量度煤研磨成粉难易程度的指标。

(5) 子样:利用采样器具操作一次或截取一次煤流全部横截段所得到的煤。

(6) 总样:从一个采样单元取出的全部子样合并得到的煤样。

(7) 分样:由均匀分布于整个采样单元的若干个子样组成的煤样。

(8) 煤层煤样:煤样按规定从煤和夹矸的每一自然分层中分别采取的煤样。

(9) 生产煤样:在正常采煤生产情况下,从一个整班的采煤过程中采出的、能代表生产煤的组成和性质的煤样。

(10) 商品煤样:代表商品煤平均性质和组成特性的煤样。

(11) 全水分煤样:为测定煤的全水分而专门采集的煤样或从其他煤样中分取出来的煤样。

(12) 标称:最大粒度与筛上物累计质量分数最接近(但不大于)5%的筛子相应的筛孔尺寸。

(13) 空气干燥煤样:按规定条件使煤样中的水分与大气中水蒸气达到平衡状态的煤样。

(14) 一般分析实验煤样:是指破碎到粒度小于 0.2mm,并达到空气干燥状态,用于大多数物理和化学特性测定的煤样。

(15) 全水分:煤样中全部水分即外在水和内在水分的质量总和占煤样的质量分数。

(16) 外在水分:在室温条件下,煤样与周围空气湿度达到平衡时所失去的水分占该煤样的质量分数。

(17) 风干煤样:在室温条件下,煤样与周围空气湿度达到平衡时失去外在水分,这时的煤样称为风干煤样(GB/T 3715—2007 中没有定义“风干煤样”的术语)。

(18) 内在水分:在室温条件下,煤样与周围空气湿度达到平衡时失去了外在水分,仍然残留在煤样中的水分占该风干煤样的质量分数。

(19) 一般分析实验煤样水分:又可称为空气干燥基水分,取代了“分析煤样水分”和“空气干燥煤样水分”的名称,是指一般分析实验煤样中水分的百分含量。

(20) 化合水:与矿物质以化学状态结合的水。

(21) 矿物质:煤中的无机物质,含化合水,但不包括吸附态的游离水。

(22) 工业分析:用一般分析实验煤样对水分、灰分、挥发分和固定碳四个指标的分析测定。

(23) 灰分煤样:在规定条件下完全燃烧后得到的残渣占煤样的质量分数。

(24) 外来灰分:旧称外在灰分,是指煤炭生产过程中进入煤中的矿物质形成的灰分。

(25) 内在灰分:由成煤原始植物中的矿物质和成煤过程中进入煤层的矿物质所形成

的灰分。

(26) 挥发分:煤样在规定条件下隔绝空气加热,扣除煤样中吸附水分后的质量损失占煤样的百分数。

(27) 固定碳:从挥发分残渣中减去灰分后的质量占煤样的质量分数。

(28) 燃烧比:煤的固定碳和挥发分的比值。

(29) 胶质层指数:由萨波日尼科夫提出的一种量度烟煤塑性的方法,以胶层最大厚度 Y 值和最终收缩度 X 等值表示。

(30) 胶质层最大厚度:烟煤胶质层指数测定中利用探针测出的胶质体上下层面间距的最大值。

(31) 罗加指数:由罗加提出的量度烟煤粘结度的指标,以待测煤样与标准无烟煤按比例混合后炭化得到的焦炭的机械强度来表征。

(32) 粘结指数:又称 G 指数,由中国提出的类似于罗加指数量度烟煤粘结力的指标,以待测煤样与专用无烟煤按比例混合后炭化得到的焦炭的机械强度来表征。

(33) 坩埚膨胀序数:取代自由膨胀指数,是指在规定的条件下煤在专用坩埚中隔绝空气加热得到焦炭,用焦炭的外形膨胀程度序号表征。

(34) 奥阿膨胀度:由奥迪贝尔和阿尼两人提出的量度煤膨胀性和塑性的方法,以膨胀度 b 和收缩度 a 等参数表征。

(35) 吉氏流动度:由吉泽勒提出的烟煤塑性的量度方法,以最大流动度等表征。

(36) 格金干馏实验:由格雷和金两人提出的煤低温干馏实验方法,用以测定煤热解产物的收率的焦型。

(37) 铝甑干馏实验:由费希尔和施拉德两人提出的低温干馏实验方法,用以测定煤干馏时焦油、半焦和热解水的收率。

(38) 落下强度:取代了“机械强度”和“抗碎强度”的名称,是指一定粒度的煤块在规定高度上跌落,以粒度 25mm 以上块煤占原煤质量的百分数表征。

(39) 热稳定性:块煤受热后保持粒度的能力,以在规定条件下,一定粒度的煤受热后,大于 6mm 粒级所占的百分比。

(40) 煤对二氧化碳的反应性:煤对气化剂反应活性的量度,是指在规定的条件下煤制成的焦与二氧化碳反应,以二氧化碳的还原率表示。

(41) 结渣性:煤在气化或燃烧过程中,煤灰受热后软化、熔融而结渣的量度。以规定条件下煤燃烧后大于 6mm 的渣块占总渣量的百分数表示。

(42) 灰熔融性:在规定条件下加热煤灰制成的成型物,根据成型物在高温下的变形特征得到一组特征温度值(变形温度、软化温度、半球温度和流动温度)来表征煤灰的熔融性。

(43) 灰黏度:煤灰在熔融状态下,温度与黏度之间的关系,是熔融煤灰流动性的量度。

(44) 透光率:煤在规定条件下与硝酸溶液反应后所得溶液的透光率,一般用于量度年轻煤煤化程度。

(45) 腐植酸:煤中能溶于苛性碱和焦磷酸钠溶液的一组高分子化合物的混合物。

(46) 苯萃取物:褐煤中能溶于苯的部分,主要成分为蜡和树脂。

(47) 相对氧化度:煤的相对氧化程度的量度,以规定条件下煤样碱提取液的透光率表示,可分为未氧化、可能氧化和已氧化三种。

(48) 真相对密度:20℃时煤(不包括煤的各种孔隙)的质量与同体积的水的质量之比。

(49) 视相对密度:20℃时煤(仅包括煤的内部孔隙)的质量与同体积的水的质量之比。

(50) 散密度:又称堆密度,是指在规定条件下单位体积散状煤的质量。

2. 石油分析术语

(1) 色度:油品的颜色。

(2) 密度:指在规定的温度下单位体积内所含物质的质量,以 g/cm^3 或 kg/m^3 表示。

(3) 黏度:反映油品的内摩擦力,是表示油品油性和流动性的一项指标。

(4) 黏度指数(VI):表征油品黏度随温度变化的程度。

(5) 水分:是指润滑油中水分含量,通常为质量百分数。

(6) 闪点:在规定条件下,加热油品逸出的蒸汽和空气组成的混合物与火焰接触发生瞬间闪火时的最低温度,以℃表示。

(7) 燃点:将物质在空气中加热时,开始并继续燃烧的最低温度。

(8) 十六烷值:表示柴油在柴油机中燃烧时的自燃性的指标。其大小与柴油组分的性质有关。

(9) 总碱值(TBN):在规定条件下滴定时,中和 1g 试样中全部碱性组分所需高氯酸或盐酸的量,以当量 mgKOH/g 表示,称为润滑油或添加剂的总碱值。

(10) 不溶物:主要包括油中杂质如金属颗粒和粉尘等、油品氧化生成的胶质等、燃烧产物如积碳等。

(11) 倾点:是指在规定条件下,被冷却了的石油能流动时的最低温度,以℃表示。

(12) 水分离性:表示油品从油水乳化液中分离出来的能力,以 min 表示。

(13) 蒸发损失:油品在一定条件下通过蒸发而损失的量,用质量分数表示,蒸发损失与油品的挥发度成正比。

(14) 氧化安定性:石油产品抵抗空气(或氧气)的作用,而保持其性质不发生永久性变化的能力。

(15) 锥入度:衡量润滑脂稠度及软硬程度的指标。

(16) 光谱元素分析:测量油液中磨损金属、污染元素及添加剂的成分及含量,连续监测可以得出部件摩擦副的磨损趋势及添加剂的消耗情况。

(17) 辛烷值:表示点燃式发动机燃料抗爆性的一个约定数值。

3. 天然气分析术语

(1) 水露点:对于含有一定量水汽的气体,在气压不变的情况下降低温度,使饱和水汽压降至与当时实际的水汽压相等时的温度。

(2) 高位发热量:规定量的气体在空气中完全燃烧时所释放出的热量。

(3) 相对密度:在相同的规定压力和温度条件下,气体的密度除以具有标准组成的干空气的密度。

(4) 沃泊指数:在规定参比条件下的体积高位发热量除以在相同的规定计量参比条

件下的相对密度的平方根。

(5) 压缩因子:在规定的压力和温度条件下,一给定质量气体的实际(真实)体积除以在相同条件下按理想气体定律计算出的该气体的体积。

(6) 干天然气:水气的摩尔分数不大于 0.00005 的天然气。

三、矿类(煤质)分析常用基准

(1) 收到基:旧称应用基,是指某指标计算时,以实验室收到煤样为计算的基准。

(2) 空气干燥基:旧称分析基,是指计算某指标时,以一般分析实验煤样为计算的基准。

(3) 干燥基:是指计算某指标时,以假想的无水状态的煤样为计算的基准。

(4) 干燥无灰基:旧称可燃基,是指某指标计算时,以假想的无水、无灰状态的煤样为计算的基准。

(5) 干燥无矿物质基:旧称有机基,是指计算某指标时,以假想的无水、无灰、无矿物质状态的煤样为计算的基准。

(6) 恒湿无灰基:是指计算某指标时,以假想的含有最高内在水分但无灰状态的煤样为计算的基准。

四、矿产分析中常用数理统计术语

(1) 观测值:在实验中所测得或观测到的数值。

(2) 总体:作为数理统计对象的全部观测值。

(3) 个体:总体中的一个,即指一个观测值。

(4) 总体平均值:总体中全部观测值的算术平均值。

(5) 标准差:方差的平方根。

(6) 方差:观测值分散度的量度,以观测值与它们的平均值之差的平方除以自由度(观测值个数减 1)表示。

(7) 随机误差:统计上独立于系统误差的误差。

(8) 重复性限:一个数值在重复条件下,即在同一实验室中,由同一操作者,用同一仪器,对同一试样,于短期内所做的重复测定,所得结果之间差值(在 95% 概率下)的临界值。

(9) 精密度:在规定条件下所得独立实验结果间的复合程度。

(10) 变异系数:标准差占平均值(取绝对值)的百分数。

(11) 极差:一组观测值中,最高值和最低值的差值。

(12) 误差:观测值与可接受的参比值间的差值。

(13) 准确度:观测值与真值或约定真值之间的接近程度。

(14) 偏倚:又称系统误差,由于方法或仪器等因素导致的一系列结果的平均值总是低于或高于用参比方法得到的值。

(15) 再现性临界差:一个数值在再现条件下,即在不同实验室中,对从试样缩制最后阶段的同一试样中分取出来的、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特定概率下的临界数值。

第二节 矿产资源分析实验方法一般规定

一、测定及数据修约

1. 测定次数

除特别要求者外,每项分析实验对同一煤样进行2次重复测定,若差值不超过重复性限 T ,则取其算术平均值作为测定结果;否则,需进行第3次测定,若3次测定值的极差小于或等于 $1.2T$,则取3次测定的算术平均值作为测定结果;否则进行第4次测定,若4次测定值的极差小于或等于 $1.3T$,则取4次测定值的算术平均值作为测定结果;若极差大于 $1.3T$,而其中3个测定值的极差小于或等于 $1.2T$,则可取此3个测定值的算术平均数作为测定结果。若上述条件均未达到,则应舍弃全部测定结果,并检查仪器和操作,然后重新进行测定。

2. 水分测定期限

全水分测定应在煤样制备后立即进行,否则应将之准确称量,装入不吸水、不透气的密闭容器中保存,并尽快测定。凡需根据水分测定结果进行校正或换算的分析实验,应同时测定煤的水分,如不能同时进行,两者也应在尽量短、煤样水分未发生显著变化的期限内进行测定,最多不得超过3天。

3. 数据修约规则

凡末位有效数字后面第一位数字大于5,则在其前一位上增加1,小于5则弃去;凡末位有效数字后面的第一位数字等于5,而5后面的数字并非全为0,则在5的前一位上增加1;5后面的数字全为0时,如5前面一位为奇数,则在5的前一位上增加1,如前一位为偶数(包括0),则将5弃去。所拟舍弃的数字,若为两位以上时,不得连续进行多次修约,应根据所拟舍数字中左边第一个数字的大小,按上述规则进行一次修约。

二、分析项目及指标的符号

矿产(主要指煤炭)分析实验,除少数惯用符号外,均采用各分析实验项目的英文名词的第一个字母或缩略字,以及各化学成分的元素符号或分子式作为它们的代表符号,下列出煤炭分析实验项目专用符号及其英文和中文名称:

a —— maximum contraction,最大收缩度;

A —— ash,灰分;

AI —— abrasion index,磨损指数;

ARD —— apparent relative density,视相对密度;

b —— maximum dilatation,最大膨胀度;

CB —— characteristic of char button,(挥发分测定)焦渣特征;

$Clin$ —— clinkering rate,结渣率;

CR —— yield of coke residue,半焦产量;

CSN —— crucible swelling number,坩埚膨胀序数;

DT —— deformation temperature,(灰熔融性)变形温度;

- E_B —— yield of benzene-soluble extract, 苯萃取物产率;
 FC —— fixed carbon, 固定碳;
 FT —— flow temperature, (灰熔融性) 流动温度;
 $G_{R.I.}$ —— caking index, 黏结指数;
 HA —— yield of humic acids, 腐植酸产率;
 HGI —— Hardgrove grindability index, 哈氏可磨性指数;
 HT —— hemispherical temperature, (灰熔融性) 半球温度;
 M —— moisture, 水分;
 MHC —— moisture holding capacity, 最高内在水分;
 MM —— mineral matter, 矿物质;
 P_M —— transmittance, 透光率;
 Q —— (quantity of heat) calorific value, 发热量;
 R —— reflectance, 反射率;
 $R. I$ —— Roga index, 罗加指数;
 SS —— shatter strength, 落下强度;
 ST —— softening temperature, (灰熔融性) 软化温度;
 Tar —— yield of tar, 焦油产率;
 TRD —— true relative density, 真相对密度;
 TS —— thermal stability, 热稳定性;
 V —— volatile matter, 挥发分;
 $Water$ —— total water of distillation, 干馏总水(产率);
 X —— final contraction of cake residue, 焦块最终收缩度;
 Y —— maximum thickness of plastic layer, 胶质层最大厚度;
 α —— conversion ratio of carbon dioxide, 二氧化碳转化率。

三、矿产分析结果表示基准的符号

以不同基准表示的矿产(煤炭)分析结果,采用基准的英文名称缩写字母,标在项目符号右下角。煤炭分析实验常用基准的符号有:

- ad —— air dried basis, 空气干燥基;
 ar —— as received basis, 收到基;
 d —— dry basis, 干燥基;
 daf —— dry ash free basis, 干燥无灰基;
 $dmmf$ —— dry mineral-matter-free basis, 干燥无矿物质基。

第二章 煤类矿产资源分析实验

实验一 煤的工业分析

煤的工业分析也称煤的技术分析或实用分析,包括煤的水分、灰分、挥发分的测定和固定碳的计算。工业分析的结果是煤炭加工利用和煤炭科学研究的基础技术参数,具有十分重要的意义。

煤的工业分析不包括煤的全水分测定,但为了内容的系统性,因而将全水分的测定也列入本实验。

一、空气干燥煤样水分的测定

(一) 实验目的

学习和掌握测定空气干燥煤样水分的各种方法及原理,了解空气干燥煤样水分的主要作用。

(二) 测定方法

GB/T 212—2008 规定了煤的两种水分测定方法。其中方法 A 适用于所有煤种,方法 B 仅适用于烟煤和无烟煤。在仲裁分析中遇到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。

1. A 法(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

氮气:纯度 99.9%,含氧量小于 0.01%;

无水氯化钙(HGB 3208):化学纯,粒状;

变色硅胶:工业用品。

3) 仪器和设备

(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(图 2-1-1)。

(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。

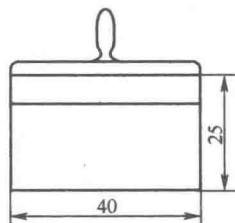


图 2-1-1 玻璃称量瓶

(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 $1 \pm 0.1\text{g}$, 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,通入氮气以每小时 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。

5) 实验记录和结果计算

(1) 实验记录表(供参考):

空气干燥煤样水分的测定记录

年 月 日

煤样名称				
分析次数			第一次	第二次
称量瓶编号				
称量瓶质量/g				
煤样质量+称量瓶质量/g				
煤样质量/g				
干燥后煤样质量+称量瓶质量/g				
煤样减轻的质量/g				
检查性 干燥	干燥后煤样 质量+称量瓶 质量/g	第一次		
		第二次		
		第三次		
M_{ad} 平均值/%				

測定人 审定人

(2) 结果计算:

空气干燥煤样的水分按式(2-1-1)计算

$$M_{\text{ad}} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (2-1-1)$$

式中 M_{ad} ——空气干燥煤样的水分, %;

m ——称取的空气干燥煤样的质量, g;

m_1 ——煤样干燥后失去的质量, g。

2. B 法(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) 仪器和设备

- (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(图 2-1-1)。
- (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 $1\pm 0.1\text{g}$,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 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。

4) 实验记录和结果计算

(1) 实验记录表(供参考):

空气干燥煤样水分的测定记录 年 月 日

煤 样 名 称				
分 析 次 数			第 一 次	第 二 次
称量瓶编号				
称量瓶质量/g				
煤样质量+称量瓶质量/g				
煤样质量/g				
干燥后煤样质量+称量瓶质量/g				
煤样减轻的质量/g				
检查性 干燥	干燥后煤样 质量+称量瓶 质量/g	第一次		
		第二次		
		第三次		
M_{ad} 平均值/%				

测定人_____ 审定人_____

(2) 结果计算:同 A 法中的结果计算。

(三) 水分测定的精密度

水分测定的重复性如表 2-1-1 规定。

表 2-1-1 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、煤中全水分的测定

煤中全水分是指煤样(商品煤样、生产煤样和煤层煤样等)采取时所含水分的总量。国标 GB/T 211—2007 规定了测定煤中全水分的 A、B、C、D 四种方法。方法 A 适用于各种煤;方法 B 适用于烟煤和无烟煤;方法 C 适用于烟煤和褐煤;方法 D 适用于外在水分高的烟煤和无烟煤。

(一) 一般要求

1. 煤样

方法 A、B 和 C 采用粒度小于 6mm 的煤样,煤样量不少于 500g;方法 D 采用粒度小于 13mm 的煤样,煤样量约 2kg。

2. 煤样的制备:

(1) 粒度小于 13mm 煤样按照 GB 474—2008 进行制备。

(2) 粒度小于 6mm 煤样的制备:

① 破碎设备:破碎过程中水分无明显损失的破碎机。

② 制备方法:用九点取样法从破碎到粒度小于 13mm 的煤样中取出约 2kg,全部放入破碎机中,一次破碎到粒度小于 6mm,用二分器迅速缩分出 500g 煤样,装入密封容器。

(3) 在测定全水分之前,首先应检查煤样容器的密封情况,然后将其表面擦拭干净,用工业天平称准到总质量的 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所注明的总质量(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。

(4) 称取煤样之前,应将密封容器中的煤样充分混合至少 1min。

(二) A 法(通氮干燥法)

1. 方法提要

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

2. 试剂

氮气(GB/T 8979):纯度 99.9%以上;

无水氯化钙:化学纯,粒状;

变色硅胶:工业用品。

3. 仪器和设备

(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 70mm,高 35~40mm,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 0.001g。

(7) 工业天平:感量 0.1g。

4. 测定步骤

(1) 用预先干燥并称量过(称准至 0.01g)的称量瓶迅速称取粒度小于 6mm 的煤样 10~12g(称准至 0.01g),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。

(3) 从干燥箱中取出称量瓶,立即盖上盖,在空气中放置约 5min,然后放入干燥器中,冷却到室温(约 20min),称量(称准到 0.01g)。

(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 0.01g 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。水分在 2% 以下时,不必进行检查性干燥。

5. 结果计算

全水分测定结果按式(2-1-2)计算:

$$M_t = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (2-1-2)$$

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(2-1-3)求出补正后的全水分值:

$$M_t = M_1 + \frac{m_1}{m} (100 - M_1) \quad (2-1-3)$$

式中 M_1 ——煤样运送过程中的水分损失量,%。

当 M_1 大于 1% 时,表明煤样在运送过程中可能受到意外损失,则不可补正,但测得的水分可作为实验室收到煤样的全水分。在报告结果时,应注明“未经补正水分损失”,并将煤样容器标签和密封情况一并报告。

(三) B 法(空气干燥法)

1. 方法提要

称取一定量的粒度小于 6mm 的煤样,在空气流中、于 105~110℃ 下干燥到质量恒定,然后根据煤样的质量损失计算出水分的含量。

2. 仪器和设备

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

(2) 玻璃称量瓶:直径 70mm,高 35~40mm,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。