

中 华 人 民 共 和 国 国 家 标 准

GB/T 4757—2001

煤粉(泥)实验室单元浮选试验方法

Methods for the batch flotation testing of fine coal

2001-11-12 发布

2002-08-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
煤粉(泥)实验室单元浮选试验方法

GB/T 4757—2001

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 26 千字
2002年7月第一版 2002年7月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-18521 定价 12.00 元
网址 www.bzcbs.com

*

科 目 608—680

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准是煤粉(泥)实验室单元浮选试验方法标准,它广泛用于科研、生产、地勘、设计和教学等单位。

此次修订的要点是:根据浮选工艺技术和理论水平的不断发展和提高,对某些条款进行修改;对某些术语、物理量单位的名称及其表示方法进行修改;将 MT/T 144—1997《选煤实验室分步释放浮选试验方法》引入本标准,作为一章,以体现实验室单元浮选试验的完整性;参考 ISO 8858-1:1990《硬煤—浮选试验方法》对质量损失率进行了修改。

本标准从实施之日起,代替 GB/T 4757—1984。

本标准附录 A、附录 C 为标准的附录。附录 B 为提示的附录。

本标准由原国家煤炭工业局提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准由煤炭科学研究总院唐山分院负责起草和解释。

本标准主要起草人:安文华、蔡昌凤、程宏志、孙华峰、石焕。

本标准 1984 年 11 月第一次发布。

煤粉(泥)实验室单元浮选试验方法

代替 GB/T 4757—1984

Methods for the batch flotation testing of fine coal

1 范围

本标准规定了煤粉(泥)实验室单元浮选试验的煤样、设备和用具、试验煤样和药剂量的计算以及可比性浮选试验、浮选参数试验、分步释放浮选试验。

本标准适用于烟煤和无烟煤。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 8899—1998 煤的显微组分和矿物测定方法(eqv ISO 7404-3:1994(E))

MT/T 58—1993 煤粉筛分试验方法

MT/T 144—1997 选煤实验室分步释放浮选试验方法

MT/T 180—1988 选煤厂浮选工艺效果评定方法

MT/T 259—1991 煤炭可浮性评定方法

MT/T 808—1999 选煤厂生产技术检查

3 煤样

3.1 采自生产煤样

在生产煤样进行筛分试验之后,分别缩取自然级和破碎级中小于 500 μm 的煤粉,按比例掺和,其质量不少于 10 kg。

3.2 采自煤层煤样或煤芯煤样

从煤层煤样或煤芯煤样的筛分产品中,制取小于 500 μm 煤粉,质量不少于 1 kg。

3.3 采自选煤厂浮选入料

按照 MT/T 808—1999 第 3 章的规定,采取未添加任何浮选药剂的浮选入料,总质量不少于10 kg。

3.4 分析化验与存放

3.4.1 按有关标准进行以下项目(根据需要可适当增减)的分析:

水分(M_t, M_{ad})、灰分(A_d)、全硫($S_{t,ad}$)、发热量($Q_{net,ar}$)。

3.4.2 按 MT/T 58 进行煤粉筛分试验。

3.4.3 按照 GB/T 8899 进行煤岩分析。

3.4.4 试验煤样干燥至空气干燥状态后,置于带盖铁皮桶内或外罩尼龙编织袋的塑料袋内存放,存放地点要保持干燥,存放时间不超过 10 个月。

4 设备和用具(品)

4.1 浮选机:容积 1.5 L。结构要求见附录 A。

4.2 用具(品)和药剂见表 1。

表 1 用具(品)和药剂

序号	名称	单位	数量	规格
1	计时装置	台	1	量程:0~10 min;精度:1 s
2	微量注射器	只	2	容量:0.5 mL;分度值:0.02 mL
3	微量注射器	只	2	容量:0.25 mL;分度值:0.01 mL
4	微量进样器	只	2	容量:0.1 mL;分度值:0.002 mL
5	微量进样器	只	2	容量:0.025 mL;分度值:0.000 5 mL
6	天平	台	1	最大称量:1 000 g;感量:0.1 g
7	恒温箱	台	1	50~200 C
8	搪瓷盆	个	50	容量:3 L
9	搪瓷盆	个	50	容量:1.5 L
10	搪瓷量杯	个	2	容量:2 L
11	搪瓷量杯	个	2	容量:1 L
11	洗瓶	个	2	容量:1 L
12	正十二烷(捕收剂)	kg	1	化学纯。密度:0.748~0.751 g/cm ³ ;馏程 214~218 C (95%)
13	甲基异丁基甲醇(MIBC, 起泡剂)	kg	0.1	化学纯。密度:0.807 g/cm ³ ;蒸馏范围:初馏点 128 C;128~130 C 3.9 mL;130~131.9 C 95 mL;干点 131.9 C
14	仲辛醇(起泡剂)	kg	0.1	化学纯

5 试验煤样和药剂量的计算

5.1 试验煤样的质量按式(1)计算:

$$W = \frac{1.5 \times c}{100 - M_{ad}} \times 100$$

.....(1)

式中: W —— 试验煤样质量,g;
 c —— 矿浆浓度,g/L;
 M_{ad} —— 试验煤样空气干燥基水分,%。

5.2 药剂量的计算

加入药剂的体积按式(2)计算:

$$V = \frac{W \times q}{d \times 10^6}$$

.....(2)

式中: V —— 加入药剂的体积,mL;
 q —— 药剂单位消耗量,g/t;
 d —— 药剂密度,g/cm³。

6 可比性浮选试验

6.1 试验条件

6.1.1 水质:蒸馏水或离子交换水,也可使用自来水。

6.1.2 矿浆温度: $(20\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 。

6.1.3 矿浆浓度: $(100\pm 1)\text{g/L}$ 。

6.1.4 捕收剂及其单位消耗量:正十二烷, $(1\ 000\pm 1)\text{g/t}$ 干煤。

6.1.5 起泡剂及其单位消耗量:甲基异丁基甲醇(MIBC), $(100\pm 1)\text{g/t}$ 干煤。

6.1.6 浮选机叶轮转速: $1\ 800\ \text{r/min}$ 。

6.1.7 浮选机叶轮直径: $60\ \text{mm}$ 。

6.1.8 浮选机单位充气量: $0.25\ \text{m}^3/(\text{m}^2\cdot\text{min})$ 。

6.2 试验步骤

6.2.1 向浮选槽加水至第二标线(图 A1),开动并调试浮选机使叶轮转速、单位充气量达到规定值,停机,关闭进气阀门,放完浮选槽内的水。

6.2.2 向浮选槽加水至第一标线(图 A1),开动浮选机后向槽内加入称量好的煤样(准确到 $0.1\ \text{g}$),搅拌至煤样全部润湿后,再加水使煤浆液面达到第二标线。

6.2.3 搅拌 $2\ \text{min}$ 后向煤浆液面下加入捕收剂。 $1\ \text{min}$ 后再向煤浆液面下加入起泡剂。

6.2.4 搅拌 $10\ \text{s}$ 后,打开进气阀门,同时开始刮泡(人工刮泡或机械刮泡),应随着泡沫层厚度的变化全槽宽收取精矿泡沫(切勿刮出矿浆)至专门容器内,控制补水速度,使在整个刮泡期间保持矿浆液面恒定。刮泡后期应用洗瓶将浮选槽壁的颗粒冲洗至矿浆中。

6.2.5 刮泡至 $3\ \text{min}$ 后,停止刮泡,并关闭进气阀门及搅拌电机,把尾煤放至专门容器内。沉积在浮选槽下部的颗粒要清洗至尾煤容器中。粘在刮板及浮选槽唇边、槽壁的颗粒应收至精煤产品中。向浮选槽加入清水,并开动浮选机搅拌清洗直至浮选槽干净为止。

6.2.6 将各产物分别脱水后置于不超过 75°C 的恒温干燥箱中进行干燥。冷却至空气干燥状态后分别称量,测定灰分,必要时测定硫分。

6.2.7 试验原始记录可参考附录 B(提示的附录)的表 B1。

6.2.8 重复试验一次。

6.3 试验结果整理

6.3.1 将所得试验结果分别记录于附录 C(标准的附录)所示的表 C1 中,以精煤和尾煤质量之和作为 100% ,分别计算其产率。

6.3.2 试验允许差值

6.3.2.1 质量损失不得超过 3% 。

6.3.2.2 灰分允许差值

a) 当煤样(浮选入料)灰分小于 20% 时,与计算原煤灰分的相对差值不得超过 $\pm 5\%$;

b) 当煤样(浮选入料)灰分大于或等于 20% 时,与计算原煤灰分的绝对差值不得超过 $\pm 1\%$ 。

6.3.3 平行试验

两次平行试验的精煤产率允许误差应小于或等于 1.6% 。精煤灰分允许误差:当精煤灰分小于或等于 10% 时,绝对误差小于或等于 0.4% ;当精煤灰分大于 10% 时,绝对误差小于或等于 0.5% 。

7 浮选参数试验

7.1 概述

7.1.1 本试验分四个阶段进行,即:浮选药剂选择试验,浮选条件试验,分次加药试验及流程试验,鉴定试验及产品分析。

7.1.2 推荐采用正交设计进行浮选参数试验。

7.1.3 本章所列各项试验除给出的条件外,其余的浮选试验条件一律同第 6 章。

7.2 浮选药剂选择试验

- 7.2.1 基本要求:成分稳定、无毒无害(符合环保标准)、来源丰富、价格低廉、作用效果良好,能得到合乎质量要求的精煤及尾煤产品。
- 7.2.2 建议采用表 2 所列浮选药剂品种、药比和药剂单位消耗量(可根据实际情况增减)进行试验。

表 2 浮选药剂品种及其用量

药剂种类	药剂品种	用量范围 g/t	备 注
捕收剂	—10# 轻柴油或 0# 轻柴油 煤油	500~1 250	轻柴油密度:0.82~0.85 g/cm ³ 。 煤油密度:0.78~0.80 g/cm ³
起泡剂	GF 油 LF 油 仲辛醇	50~200	密度:0.88~0.90 g/cm ³ ;羟基:≥160 mgKOH/g;颜色:深褐。 密度:0.84~0.86 g/cm ³ ;羟基:≥180 mgKOH/g;颜色:浅黄。 辛醇含量不少于 87%

- 7.2.3 试验原始记录可参考附录 B(提示的附录)的表 B1,试验结果参照表 B2 整理。根据试验目的,采用浮选精煤灰分、浮选精煤产率和 MT 180—1988 的浮选完善指标 η_{wf} 三项指标综合评价试验结果,优选药剂配方。
- 7.2.4 必要时测定泡沫精煤浓度,做为选择药剂评价条件之一。
- 7.2.5 对选用的药剂品种及用量进行验证试验。

7.3 浮选条件选择试验

7.3.1 本组试验在确定了药剂品种及用量的基础上进行。建议进行下列条件试验(可根据实际情况,增减试验条件及试验水平):

- 矿浆浓度:50 g/L、75 g/L、100 g/L、125 g/L。
- 单位充气量:0.15 m³/(m²·min)、0.25 m³/(m²·min)、0.35 m³/(m²·min)。单位充气量与空气流量的换算关系见表 3。
- 叶轮转速:1 600 r/min、1 800 r/min、2 000 r/min。

表 3 单位充气量与空气流量换算表(按图 A1 尺寸计算)

单位充气量/(m ³ /(m ² ·min))		0.15	0.25	0.35
空气流量	m ³ /h	0.10	0.17	0.23
	L/min	1.67	2.75	3.85

- 7.3.2 按 7.2.3 条选择最佳条件。进行正交试验结果分析,得出最佳浮选条件,进行验证试验后确定。
- 7.4 分次加药试验及流程试验
- 7.4.1 分次加药方法:将总药量分别按 70% : 30%,或 50% : 50%,或 30% : 70%比例分两次加入,浮选时间可按 1 min+2 min,或 2 min+1 min,或 2 min+2 min 分配。
- 7.4.2 分次加药操作方法:在第一段浮选时间后,计时器增设第 2 次加药操作和搅拌时间 20 s。刮泡至第一段浮选时间结束后,同时停止刮泡器和关闭进气阀门,向矿浆液面下第二次加入药剂,搅拌至 20 s 时,同时打开进气阀门,开始刮泡至浮选完为止。
- 7.4.3 当一次浮选流程不能选出符合质量要求的产品时,应进行流程试验。按产品要求可进行粗选精煤的精选试验和中煤精选试验。
- 7.4.4 精选试验方法:将需精选的泡沫产品全部倒入浮选槽内,开动浮选机,加水至煤浆液面达第二标线,搅拌 30 s 后打开进气阀门,刮泡 2 min。
- 7.4.5 如精选不完全,可按 7.4.2 加入少量药剂,刮泡至浮选完为止。
- 7.4.6 进行验证试验。
- 7.4.7 试验原始记录可参照附录 B 的表 B1 和表 B2。

7.5 鉴定试验(浮选速度试验)

7.5.1 采用 7.2、7.3、7.4 确定的最佳条件进行鉴定试验,按浮选时间 0.25 min、0.25 min、0.5 min、1 min、1 min、2 min 分别收取产物 1~产物 6。尾煤为产物 7。试验记录参照附录 B 的表 B3。鉴定试验结果记入附录 C 中的表 C2。

7.5.2 重复最佳条件试验,分选出最终产品分析所需试样。

7.5.3 对最终产品测定其矿浆浓度(c)、灰分(A_d)、水分(M_{ad})、硫分($S_{t,ad}$)、发热量($Q_{net,ar}$)、挥发分(V_{daf})、粘结指数(G_{R-1})或胶质层指数(X,Y)(后三项只限于精煤)。

7.5.4 参照 MT/T 58 进行最终产品(精煤和尾煤)筛分分析。尾煤试样不得少于 50 g,筛分级别至少为 4 级:大于 500 μm 、500~125 μm 、125~45 μm 、小于 45 μm 。

7.5.5 按照 GB/T 8899 对最终产品进行煤岩分析,对产品中的有机质及无机质要有数量分析和各组分分布状态的描述。

7.5.6 分析项目可根据需要增减。

7.6 试验结果整理及表述

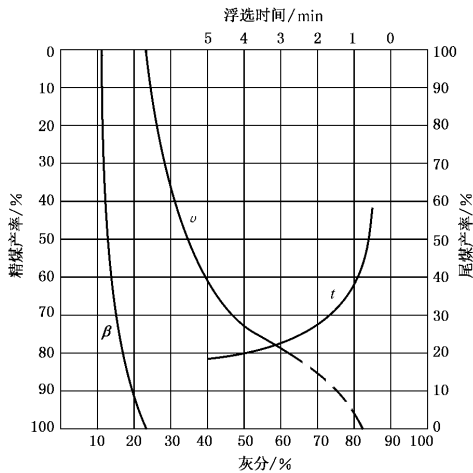
7.6.1 试验结果整理按 6.3 规定执行。

7.6.2 对最佳浮选参数及试验结果做简单综述。

7.6.3 根据产品分析结果解释浮选试验结果。

7.6.4 用浮选速度试验结果绘制可浮性曲线图(图 1)。

7.6.5 按照 MT/T 259 评定煤样的可浮性。

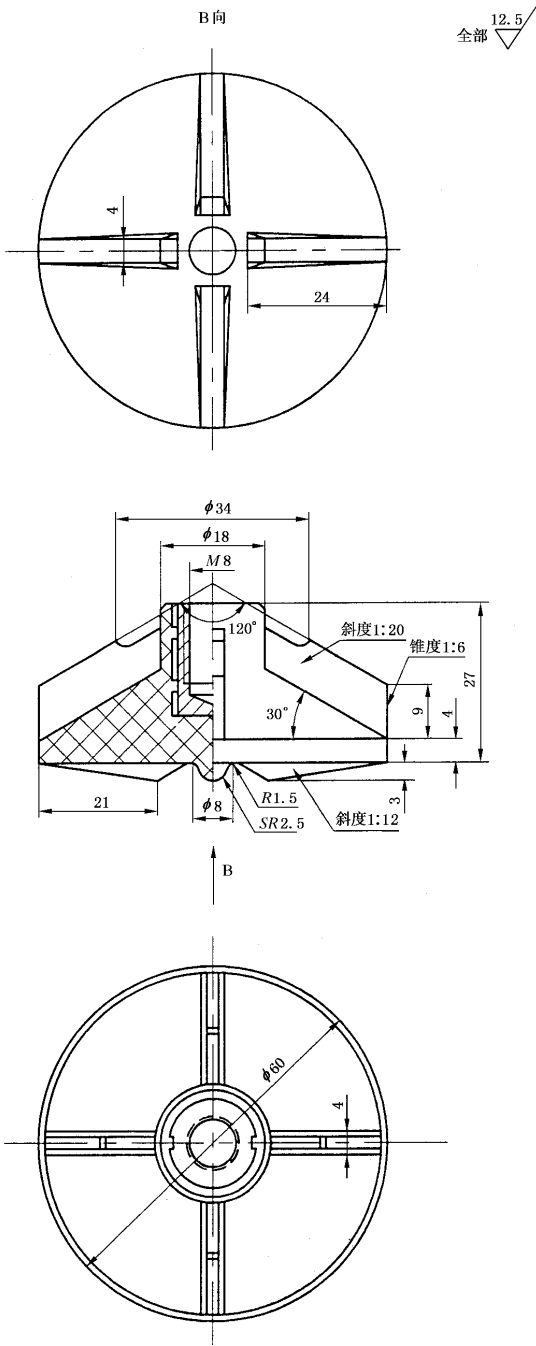


β—精煤产率—灰分曲线;v—尾煤产率—灰分曲线;t—浮选时间(t)-精煤产率曲线

图 1 可浮性曲线示意图

8 分步释放浮选试验

按 MT/T 144 进行试验。



注：所有圆角为 R1.5。

图 A2 叶轮

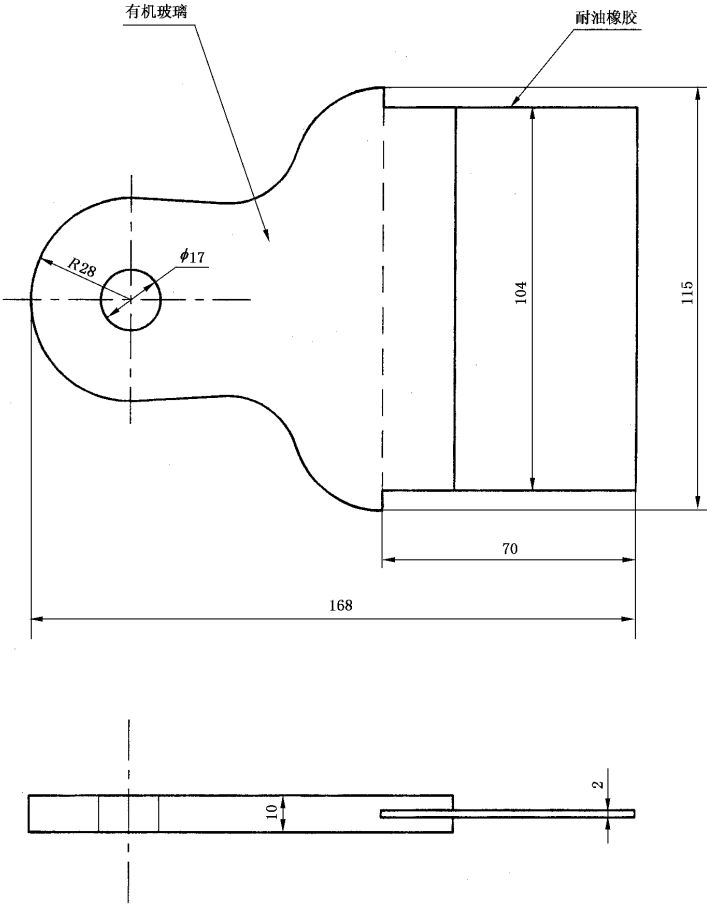


图 A4 刮板

附 录 B
(提示的附录)
试验记录表

表 B1 单元浮选试验原始记录

试验编号: _____

煤样名称: _____

煤样粒度: _____ mm

浮选机容积: _____ L

试验日期: _____

矿浆预搅拌时间: _____ min

矿浆与捕收剂接触时间: _____ min

试验日期: _____

序号	固定条件	可变条件				精 煤						尾 煤						计算入料		
						产品 编号	盘号	质量 w/g	产率 γ/%	灰分 A _d /%	硫分 S _{t,d} /%	产品 编号	盘号	质量 w/g	产率 γ/%	灰分 A _d /%	硫分 S _{t,d} /%	质量 w/g	灰分 A _d /%	硫分 S _{t,d} /%

表 B2 单元浮选试验结果

序号	试 验 条 件							浮选精煤			浮选尾煤			计算结果			
	矿浆 浓度/ (g/L)	单位充 气量/ (m ³ /(m ² ·min))	叶轮 转速/ (r/min)	捕收剂		起泡剂		产率 γ/％	灰分 A _d /％	硫分 S _{t,d} /％	产率 γ/％	灰分 A _{ad} /％	硫分 S _{t,d} /％	计算入 料灰分 A _d /％	计算入 料硫分 S _{t,d} /％	浮选完 善指标 η _{wf} /％	精煤数 量指数 η _{if} /％
				名称	用量/ (g/t)	名称	用量/ (g/t)										

表 B3 浮选速度试验记录

试验编号：_____ 煤样名称：_____ 煤样粒度：_____ mm 浮选机容积：_____ L 叶轮转速：_____ r/min 单位充气量：_____ m³/(m²·min)

入料浓度：_____ g/L 捕收剂名称及单位消耗量：_____ g/t 起泡剂名称及单位消耗量：_____ g/t 试验日期：_____

产品编号	盘号	浮选产品	浮选时间 /min	质量 w/g	产率 γ/％	灰分 A _d /％	硫分 S _{t,d} /％	累计产率 Σγ/％	平均灰分 A _d /％	平均硫分 S _{t,d} /％
		第一精煤	0.25							
		第二精煤	0.25							
		第三精煤	0.50							
		第四精煤	1.00							
		第五精煤	1.00							
		第六精煤	2.00							
		尾 煤	—							
		合 计	5.00							

附 录 C
(标准的附录)
单元浮选试验结果示例

表 C1 可比性浮选试验结果

煤样名称: 采样日期: 煤样粒度: mm
煤样灰分: 煤样硫分: 试验日期:

产品 名称	精 煤				尾 煤				计算入料			
	质量 w/g	产率 γ/%	灰分 A _d /%	硫分 S _{t,d} /%	质量 w/g	产率 γ/%	灰分 A _d /%	硫分 S _{t,d} /%	质量 w/g	产率 γ/%	灰分 A _d /%	硫分 S _{t,d} /%
试验结果 1												
试验结果 2												
综合结果												
试验误差												

表 C2 最佳浮选参数及试验结果

序号	最佳浮选参数		最佳浮选参数试验结果			
	参 数	数 量	名 称	产率 γ/%	灰分 A _d /%	硫分 S _{t,d} /%
1	捕收剂名称及消耗量/(g/t)		入 料			
2	起泡剂名称及消耗量/(g/t)		精 煤			
3	矿浆浓度/(g/L)		中 煤			
4	浮选机单位充气量/(m ³ /(m ² ·min))		尾 煤			
5	浮选机叶轮转速/(r/min)		泡沫精煤浓度 c/%			
6	加药方式		浮选完善指标 η _{wt} /%			
7	浮选流程		可燃体回收率 E _c /%			



GB/T 4757-2001

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-18521

定价: 12.00 元

*

科 目 608—680