

水利电力部技术改进局編

煤試驗方法試行規程

水利电力出版社

水利电力部技术改进局編

試驗方法試行規程

江苏工业学院图书馆
藏书章

水利电力出版社

水利电力部技术改进局編
煤試驗方法試行規程

*

592G91

水利电力出版社出版（北京西郊科学路二里溝）

北京市書刊出版业营业許可証出字第105号

国家統計局印刷厂印刷

新华書店科技发行所发行 各地新华書店經售

*

787×1092¹/₃₂开本 * 1¹/₁₆印张 * 37千字

1957年6月北京第1版

1960年4月北京第4次印刷（5,841—8,860册）

統一書号：15143·513 定价（第8类）0.18元

目

I. 工 业

概論	3
应用范围	3
总則	3
煤—01—56	
測定专供分析总水分試样中的总水分	4
一、測定粉碎到 3 毫米以下的专供分析水分試样中的 总水分	4
二、試样粉碎到13毫米以下的专供分析水分的 試样中的总水分	5
煤—02—56	
測定工业分析試样中的总水分(W_A)	7
煤—03—56	
制备分析試样	7
煤—04—56	
測定分析試样中的水分含量(W_a)	8
煤—05—56	
灰分測定法	9
一、緩慢灰化法	10
二、快速灰化法	10
煤—06—56	
揮发分的測定法	11
一、单式測定法	12
二、复式測定法	14
煤—07—56	
硫含量測定法	16
一、艾氏法($S_{\%}$)	16
二、爆燃筒法	18
煤—08—56	
煤发热量測定——爆燃筒法	20

II. 元素分析

应用範圍	29
煤—09—56	
碳、氫含量測定法	29
煤—010—56	
氮含量測定法	36
煤—011—56	
氧的計算	39

III. 其 他

煤—012—56	
煤粉細度分析	39
煤—013—56	
灰中硫磺測定法	41
煤—014—56	
硫酸盐中硫磺測定法	41
一、酸溶出法	41
二、水溶出法	42
煤—015—56	
黄鉄矿硫磺測定法	42
煤—016—56	
有机硫磺的計算	43
煤—017—56	
二氧化碳(CO ₂) _M 含量測定法	44
一、吸收法	44
二、逸出法	46

IV. 采样規則及其有关事项

一、入炉煤的采样規則	48
二、炉灰采样、制样及灰中可燃物測定注意事項	49

V. 附 录

換算公式	50
試驗数据的容許誤差一覽表	51
仪器規格参考一覽表	52

目

I. 工 业

概論	3
应用范围	3
总則	3
煤—01—56	
測定专供分析总水分試样中的总水分	4
一、測定粉碎到 3 毫米以下的专供分析水分試样中的 总水分	4
二、試样粉碎到13毫米以下的专供分析水分的 試样中的总水分	5
煤—02—56	
測定工业分析試样中的总水分(W_a)	7
煤—03—56	
制备分析試样	7
煤—04—56	
測定分析試样中的水分含量(W_a)	8
煤—05—56	
灰分測定法	9
一、緩慢灰化法	10
二、快速灰化法	10
煤—06—56	
揮发分的測定法	11
一、单式測定法	12
二、复式測定法	14
煤—07—56	
硫含量測定法	16
一、艾氏法($S\%$)	16
二、爆燃筒法	18
煤—08—56	
煤发热量測定——爆燃筒法	20

II. 元素分析

应用范围	29
煤—09—56	
碳、氢含量测定法	29
煤—010—56	
氮含量测定法	36
煤—011—56	
氧的计算	39

III. 其 他

煤—012—56	
煤粉细度分析	39
煤—013—56	
灰中硫磺测定法	41
煤—014—56	
硫酸盐中硫磺测定法	41
一、酸溶出法	41
二、水溶出法	42
煤—015—56	
黄铁矿硫磺测定法	42
煤—016—56	
有机硫磺的计算	43
煤—017—56	
二氧化碳(CO_2)%含量测定法	44
一、吸收法	44
二、逸出法	46

IV. 采样規則及其有关事项

一、入炉煤的采样規則	48
二、炉灰采样、制样及灰中可燃物測定注意事項	49

V. 附 录

換算公式	50
試驗数据的容許誤差一覽表	51
仪器規格参考一覽表	52

I. 工业分析

概 論

应用范围

本标准指定用于测定各种煤的质量，但不适于专门性的科学研究工作。

总 則

1. 所有的测定，除去外在水分，皆用两份试样进行测定，如果得出的试验结果超过允许误差时，则需进行第三次测定，其分析结果须采用两个在允许误差内的平均值。假如第三次测定结果与上两次相比较，皆在允许误差范围之内，则采取三次测定结果的算术平均值为试验值。

2. 在称取试样前预先在罐(或瓶)内用刮子或小匙搅拌，分2~3次采取试样，不可完全由表面上采取，而是取自罐内各个不同深处的试样。

3. 称取约20克的试样时，用工业天平称准到0.01克；称取约10克的试样时，用分析天平称准到0.001克；称取1~2克的试样时，则要用分析天平称准到0.0002克。

4. 须将装试样的全部器皿预先编成号码及称出皮重，称量瓶、磁制方形浅盘及坩埚应放入干燥器中保存之，于称取试样之前须检查器皿的皮重。

注：对于新制的磁坩埚及磁浅盘，须先经灼烧，然后使用之。

5. 对于装有试样的热称量瓶、坩埚及磁制方形浅盘，都应先在空气中稍冷却，然后再放入干燥器中。

6. 应将分析試样装入用磨口塞或橡皮塞仔細封閉好的玻璃瓶中保存之。試驗完毕后，应将具有代表性的煤样装满磨口塞玻璃小瓶中，并用蜡封住。保留1~3月，以便校对。

7. 同一試样之水分、灰分、揮发分的測定，应在三日內完成，其他項目在七日內完成。如果超过七日，須另行測定一次水分。

煤	測定专供分析总水分試样中的总水分
01—56	

对于送交实验室的装有专供分析总水分試样的玻璃瓶，須进行檢驗及标记瓶塞的密封情况，然后再取下瓶上的絕緣布，拭淨装着試样的瓶，并用精密度为1克的工业天平称其重量。如果称出装有試样瓶的重量与标籤上記的煤毛重經過对照以后确定重量减少时，則应将减少重量认定为水分的損失量，在計算煤中总水分时，計入之。

一、測定粉碎到3毫米以下的专供分析水分 試样中的总水分

1. 方法——方法的要点是将一份称量試样放在102~105°C的烘箱中干燥至恆量。

2. 測定:

(1) 首先仔細的摻混密閉瓶內的試样，并将瓶往不同的方向翻轉5分钟，然后再将瓶打开迅速取出各重为20~30克的两份試样，放在方形浅盘中或取出各重为10~15克試样放于称量瓶中，煤层的厚度不得超过10毫米。将方形浅盘內的煤称过重量以后，应輕輕振動使之平勻，装有試样的器皿，放在預先加热到102~105°C的烘箱內，在此温度下干燥，褐

煤及无烟煤須干燥2~3小时，其余各种煤須干燥2小时，然后自烘箱中取出装着試样的器皿，再将其放入干燥器中，冷却后称出其重量，以后再每隔1小时繼續进行一次檢查性的干燥工作，直到25克試样的减量少于0.02克或10~15克的試样少于0.01克时或达到重量增加时为止。在后一种情况时，必須采用倒数第二次所称的重量为計算根据。干燥后所計算的总减量占原称量試样的百分数，即为专供分析水分試样中的水分(W^p)注。

注：在烘箱内干燥装有試样的称量瓶时，必須使称量瓶的盖半开半閉，在干燥器冷却时以及称量时，則須全部盖住。

(2) 試驗結果的計算：

$$W^p = \frac{G_1}{G} \cdot 100$$

式中 W^p ——实验室試样中的总水分(%)；

G_1 ——实验室試样干燥至恆量时，减少的重量(克)；

G ——实验室試样重量(克)。

二、試样粉碎到13毫米以下的专供分析水分的

試样中的总水分

1. 方法——方法的要点是将粉碎到13毫米的試样干燥到空气干燥状态。把試样粉碎到3毫米，再使其在102~105°C的烘箱内干燥至恆量，并算出煤中的总水分。

2. 測定：

(1) 首先擦淨装有試样的罐子，再使用精密度为1克的工业天平称出其重量。然后再將罐子内的全部試样倒在金属制的方形浅盘内并称出試样的重量；为了核对方形浅盘内的試样淨重与罐内的原試样重量，应称出空罐的重量再由原装

着試样罐的总重量，减去所得重量后，即得出試样淨重，方形淺盘內的煤层厚度不得超过25毫米，并攤平方形淺盘內的試样，攤平以后使用人工干燥和天然干燥互相交替的方法，將試样干燥到空气干燥状态，在 $70^{\circ}\text{C}(\pm 5^{\circ}\text{C})$ 温度下的烘箱內进行干燥，再于室温下自然干燥，至空气干燥状态。

連續的人工干燥方法不得超过8小时，經過人工干燥阶段以后，自烘箱中取出的方形淺盘放在室温下，使其完全冷却并称重。然后再于室温下进行自然干燥，其延續的干燥時間至少为8小时，如在自然干燥的最后阶段，其重量变化不超过原試样重量的0.3%时，則认为干燥完成。但当自干燥最后阶段，有增加重量超过0.3%現象时，則須另行自然干燥。在所有的情况下皆采用最后一次重量做为計算根据。算出干燥时所減輕的重量占試样最初重量的百分数，即为所求的表面水分($W_{\text{面}}$)^①。

(2)將已干燥到空气干燥状态的試样放到粉碎机中或研钵中使之全部粉碎到3毫米的顆粒，并縮分到250~300克。縮分試样是用縮分器或用人工縮分的方法进行之。应使用能保持試样的代表性的縮分器。用人工縮分法縮減試样时，是将全部試样倒在大型金属淺盘內，仔細地摻混两遍，并使之堆成圓錐体，然后用鉄鏟或鉄板自圓錐体上部向下压成厚度不超过10毫米的薄层，并用两条相互交叉的垂直綫將前述做成的圓形区分成为四个扇形体，將其中两个对角扇形体抛弃，其余两个对角扇形体再重新作成圓錐体。

此种摻合縮分手續一直到最后剩余为250~300克时为止，并將其装入玻璃瓶內。

① 在干燥試样中和每次称过重量后可攪拌試样，但不能損失試样。

(3)按照上述一法进一步测定空气干燥状态的分析试样中的水分量。在操作上有以下的改变。

干燥到第一次称重，所須延續時間为：褐煤及无烟煤为2小时，其他各种煤为1.5小时。

(4)試驗結果的計算：

計算干燥所减少的重量，占試驗总重量的百分数，即为所求的空气干燥状态的分析试样中的水分(W_{ac})，总水分按下式計算：

$$W^p = W_{an} + W_{ac} \cdot \frac{100 - W_{an}}{100}$$

如果原煤样在运送途中，水分有損失时，可依下式求出 W_{an}

$$W_{an} = W_n + W_{an} \cdot \frac{100 - W_n}{100}$$

W_n ——原煤样在运送时水分損失量(%)。

注：1.本方法是标准的方法，用来作校对性試驗。如果各厂在測定总水分过程中，煤样自烘箱內取出于室溫下冷却后，其自然干燥時間有所改变时，必須通过实际試驗决定，并且定期用标准方法測定进行校对。

2.当更換煤种时，或煤样的水分发生巨大变化时，則必須进行校对性試驗。

煤	測定工业分析試样中的总水分(W_a)
02—56	

測定全分析用之實驗室試样中的总水分，按照(01—56方法)的各項規定进行之，所得到的結果，即为所求的分析用的試样的总水分。

煤	制备分析試样
03—56	

1. 方法——方法的要点是将粉碎到粒度为 3 毫米以下的试样, 在 $45 \sim 50^{\circ}\text{C}$ 的温度下徐徐干燥。再粉碎到 0.20 毫米。

2. 制备试样手續:

(1) 将粒度到 3 毫米以下的试样縮分到 500 克, 粒度 1 毫米以下的縮分到 200~250 克。

如必須測定工业分析试样中总水分时, 应在未縮分试样之前, 自试样中取出一部分供測定工业分析试样中总水分 (W_a) 之用。

(2) 将已縮分过的试样撒布在方形浅盘中, 并使之在 $45 \sim 50^{\circ}\text{C}$ 徐徐干燥, 粉碎到 3 毫米的褐煤繼續干燥 2~3 小时, 粉碎到 1 毫米的褐煤繼續徐徐干燥 1.5~2 小时, 粉碎到 3 毫米的其他各种煤及无烟煤应徐徐干燥 1.5~2 小时, 粉碎到 1 毫米的其它各种煤及无烟煤应徐徐干燥 1~1.5 小时, 但方形浅盘內的煤层厚度, 不超过 4 毫米, 并須使烘箱保持良好的通风。在干燥过程中, 至少要将试样攪混 3~4 次。

(3) 将已干燥的试样粉碎到 0.20 毫米。

注: 不准使用生鉄研钵粉碎试样。

首先将粉碎的试样仔細地加以掺混, 然后将其縮分到 75~150 克, 并将縮分好的试样撒布在方形浅盘內, 使之在实验室的室内温度下, 干燥到空气干燥状态, 不需称重。将制成的分析试样装入玻璃瓶中。

注: 将縮分后剩下的试样装入玻璃瓶中, 并用蜡封保存下来以备核对分析結果之用。

煤	測定分析试样中的水分含量(W_a)
04—56	

1. 方法——方法的要点是将称量过的试样放在 $102 \sim$

105°C的烘箱中干燥至恒量时为止。

2. 測定:

(1) 将装有称重 1 ± 0.1 克試样的称量瓶, 放在預先加热到 102~105°C 的烘箱中干燥, 褐煤及无烟煤在此温度下干燥 2 小时, 其他各种煤干燥 1 小时, 然后由烘箱內取出称量瓶, 放入干燥器中冷却并称出其重量。然后进行每半小时一次的檢查性干燥。一直进行到試样的减量少于 0.001 克或达到增重时为止。在后种情况下, 要采用倒第二次重量数据为計算根据, 在称量瓶中試样厚度, 不得超过 5 毫米。

算出总减量占原試样重量的百分数, 即为所求的分析試样中的水分含量(W_a)。

注: 1. 在烘箱中干燥装有試样的称量瓶时, 应使盖半开, 在干燥器中冷却及称其重量时, 則須使全部盖住。

2. 檢查性干燥可根据各厂实际試驗規定經驗数字代替。即可与初次干燥一并完成。

(2) 試驗結果的計算

$$W_a = \frac{G_1}{G} \cdot 100;$$

式中 W_a ——分析試样中之水分含量(%);

G_1 ——分析試样干燥至恒重时, 减少的重量(克);

G ——分析試样重量(克)。

煤	灰分測定法
05—56	

下面两种測定灰分的方法, 具有相同的价值, 在實驗室內采用那一种方法, 可根据各地方的不同条件而決定。

一、緩慢灰化法

1. 方法——方法的要点是将試样放入逐漸加热的馬弗炉內慢慢灰化，并且要在 $800^{\circ}\text{C} (\pm 25^{\circ}\text{C})$ 使灰分殘渣燒至恆重。

2. 測定——首先将称量 1 ± 0.1 克試样的坩堝或方形淺盘送入冷的或热的不超过 $250 \sim 300^{\circ}\text{C}$ 的馬弗炉內，然后再将馬弗炉逐漸加热到 $800^{\circ}\text{C} (\pm 25^{\circ}\text{C})$ 使試样灼燒 2 小时。

在灼燒坩堝或方形淺盘时，須将坩堝或方形淺盘放在馬弗炉中的熾热部分，自馬弗炉中取出的坩堝或方形淺盘先在空气中冷却 5 分钟，然后再放入干燥器中冷至室温后，立即称量。

然后将盛有灰分的坩堝进行半小时檢查性的灼燒使其前后两次重量的变化小于 0.001 克时为止。

采用最終一次重量作为計算根据。

算出坩堝內或方形淺盘內的灰分殘渣重量占試驗重量的百分数，即为所求的分析試样中的灰分($A\%$)。

二、快速灰化法

1. 方法——方法要点，是将装有試样的方形淺盘逐漸地移入 $800^{\circ}\text{C} (\pm 25^{\circ}\text{C})$ 馬弗炉內，并在此温度下使灰分殘渣灼燒至恆量。

2. 測定：

(1) 首先将馬弗炉加热到 850°C ，然后打开炉的前門，并用磁制的或金属制的薄板放在前壁上，薄板的寬度与炉內工作空間的寬度相等。而薄板的长度为 $200 \sim 250$ 毫米。将已裝好 (1 ± 0.1) 克試样的方形淺盘分为三、四排放入金属薄板

上，并将其中的第一排放放在炉口的旁边。

先使方形浅盘在上述的位置停留10分钟，然后再逐渐地以每分钟1厘米（cm）的速度把方形浅盘一排接着一排移入炉中的炽热部分。

将装有试样的方形浅盘全部移向烘热部分以后，可以关闭炉门，并使之在 $800^{\circ}\text{C}(\pm 25^{\circ}\text{C})$ 温度下继续灼烧40分钟。自炉内取出装有灰分的方形浅盘，先放在空气中冷却5分钟，然后再送入干燥器中冷至室温后，立即称量。

然后将盛有灰分的方形浅盘在 $800^{\circ}\text{C}(\pm 25^{\circ}\text{C})$ 进行15分钟检查性灼烧，重复进行到重量的变化小于0.001克时为止。

采取最终一次重量作为计算根据。

算出灰分的残渣重量占试样的百分数，即为所求的分析试样中的灰分量(A^a)。

(2) 试验结果的计算

$$A^a = \frac{G_1}{G} \cdot 100$$

式中 A^a ——分析试样中之灰分含量(%)；

G_1 ——灰的重量(克)；

G ——分析试样重量(克)。

注：1.需要增加灰分试验速度时，可将器皿面积加大以减薄煤层。

2.检查性灼烧可以根据各厂实际经验规定各种煤种所需要灼烧时间即可与初次灼烧一并完成。

煤	挥发分的测定法
06—56	

如下两种测定挥发分的方法，具有相同的价值，在实验室采取那一种方法，可根据各地方的不同条件而决定。

一、单式测定法

1. 方法——方法的要点是将装有試样的带有磨口盖的瓷制坩埚放在 $850^{\circ}\text{C}(\pm 20^{\circ}\text{C})$ 的豎式电炉中或放在坩埚炉中繼續加热 7 分钟。

2. 仪器的特殊要求:

(1) 在豎式电炉或坩埚炉上, 应备有沿底面直徑方向上作出为逸出揮发物的約为一平方厘米的凹槽盖子, 在炉子的底部应备有安置热电偶的孔, 在炉子加热时, 应使用石棉板或陶瓷板将炉子盖住。

炉子工作空間的高度, 应有保持稳定温度 $850^{\circ}\text{C}(\pm 20^{\circ}\text{C})$ 約等于 45~50 毫米的一段区域, 測定此区域, 是在关闭的电炉內, 由預先測量温度的方法进行之。

将以耐火金属絲制的(电炉絲或其它金属絲)吊环固定在电炉的盖子上边, 以便将坩埚放入电炉內, 計算吊环的长度, 是根据使坩埚的下半部放在 850°C 的固定温度的区域内, 并在这个区域内保留放热电偶热接点的地方, 接点应与坩埚底部約隔 5 毫米的距离(如图 1 及图 2)。

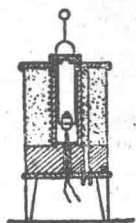


图 1 豎式电炉



图 2 坩埚炉

电炉直徑应比坩埚直徑至少要大 10 毫米, 为了减低在放入坩埚时的炉温降低現象, 在具有工作空間的直徑比坩埚直