

中华人民共和国煤炭工业部制订

煤炭化验操作规程

(草案)

煤炭工业出版社

1306

中华人民共和国煤炭工业部制訂
煤炭化验操作规程(草案)

*

煤炭工业出版社出版(社址:北京东长安街煤炭工业部)
北京市书刊出版业营业許可証出字第084号
煤炭工业出版社印刷厂排印 新华书店发行

*

开本787×1092公厘^{1/32} 印张5⁷/₁₆ 字数106,000
1959年10月北京第1版 1959年10月北京第1次印刷
统一书号:15085·970 印数:0,001—4,000册 定价:0.48元

1955年2月，中

程會議，在会上通过的“煤炭~~化驗~~規程”已在
全国贯彻执行4年有余。在此期间，全国各~~地~~由于有了统一的操作規程，煤質研究工作因而得到順利的发展，基本上查清了全国已勘探或已开采的煤田的煤質，并在此基础上我国先后两次制定了炼焦用煤的技术分类标准。

4年来，全国煤炭化驗工作者在党的正确领导下获得了很多新成就，特别是1958年大跃进以来更創造了很多奇跡。其中有許多可以用規程的形式肯定下来，因此，有必要把該“煤炭檢驗操作規程”加以修改和补充。

北京煤炭科学研究院煤化学研究所認真总结与研究了該所及煤炭部系統各化驗室的經驗，提出了修改原規程草案的意見，并制訂了元素分析、各种硫分分析、煤灰成分分析、灰熔点測定及二氧化碳測定等項的操作規程。在修改与制訂过程中坚决贯彻党的社会主义建設总路綫的方針，既要認真保証質量又要尽可能避繁就簡，肯定了一些行之有效的快速方法，在器械和試剂的选择上力求节约。

1959年5月，我部在郑州召开的煤質、采样、化驗現場會議上比較細致地討論了煤炭科学研究院煤化学研究所提出的煤炭化驗操作規程草案初稿。到会代表有全国80多

个煤矿化验室及煤田地質勘探化验室的技术负责人和化验工作者。他們在会上对该規程草案初稿提出了很多意見。北京煤炭科学研究院煤化学研究所和我部地質勘探司根据这些意見作了进一步修改。

茲决定将修改后的初稿作为煤炭化验操作規程草案。她在执行中有修正意見，希随时提出，以便我部在进一步修改时参考。

煤炭工业部

前 言

煤的发热量是评价动力用煤的主要指标，无论是对于煤炭的热平衡计算，还是考核企业的耗煤定额，都需要测定煤的发热量。

我国幅员广大，用煤企业日益增多，许多单位，特别是有些厂矿企业和地方煤矿，由于条件所限，往往不能正确测定煤的发热量。解放前后，有些厂矿有时采用高特(Goutal)公式来计算我国各种煤的发热量，但由于该公式对我国大多数煤种的计算误差过大，往往达不到预期的效果。

因此，我们在十余年前就着手研究并提出了利用工业分析结果计算我国各种煤高位发热量的经验公式，经过各有关单位的长期试用结果表明，我们提出的公式，其精确度显著地高于过去沿用的公式。近二、三年来，我们又研究了利用工业分析结果计算我国高灰分（指灰分大于40%者）煤发热量的经验公式。此外，还研究并提出了利用元素分析结果计算我国各种煤高位发热量的经验公式。实践表明，这些公式的精确度普遍大于过去沿用的公式。

为了使各经验公式具有科学性和可靠性，我们在推导公式之前，首先对煤的发热量与主要煤质指标之间的内在联系作了较为深入的研究，此后又根据不同煤化阶段煤的分子结构和化学组成的不同以及发热量的不同，分褐煤、烟煤和无烟煤三部分，分别推导出计算发热量的经验公式。书中还对煤炭各种发热量的涵义作了较详尽的解释。

本书所引用的原始数据主要来自我们煤化所分析组及有关单位，谨表示感谢。由于水平所限，书中缺点、错误在所难免，希望读者批评指正。

全书公式的推导和编写均由陈文敏同志完成，并经罗颖都、杨金和、陈祚生同志审订。

目 录

前言

第一章	煤的工业分析	5
第二章	烟煤胶质层指数的测定	51
第三章	煤的元素分析	74
第四章	煤中二氧化碳的测定	96
第五章	低温干馏试验	99
第六章	煤灰溶点的测定	108
第七章	煤灰成分的测定	120
第八章	煤炭真比重和假比重的测定	141
第九章	分析用试样的制样方法	147
附 录		154

1955年2月，中
程會議，在會上通過的“煤炭化驗規程”已在
全國貫徹執行4年有餘。在此期間，全國各
由於有了統一的操規程，煤質研究工作因而得到順利的發展，
基本上查清了全國已勘探或已開采的煤田的煤質，並在此
基礎上我國先後兩次制定了煉焦用煤的技術分類標準。

4年來，全國煤炭化驗工作者在黨的正確領導下獲得
了很多新成就，特別是1958年大躍進以來更創造了很多奇
跡。其中有許多可以用規程的形式肯定下來，因此，有必
要把該“煤炭檢驗操規程”加以修改和補充。

北京煤炭科學研究院煤化學研究所認真總結與研究了
該所及煤炭部系統各化驗室的經驗，提出了修改原規程草
案的意見，並制訂了元素分析、各種硫分分析、煤灰成分
分析、灰熔點測定及二氧化碳測定等項的操規程。在修
改與制訂過程中堅決貫徹黨的社會主義建設總路綫的方
針，既要認真保證質量又要儘可能避繁就簡，肯定了一些
行之有效的快速方法，在器械和試劑的選擇上力求節約。

1959年5月，我部在鄭州召開的煤質、採樣、化驗現
場會議上比較細致地討論了煤炭科學研究院煤化學研究所
提出的煤炭化驗操規程草案初稿。到會代表有全國80多

个煤矿化验室及煤田地質勘探化验室的技术负责人和化验工作者。他們在会上对该規程草案初稿提出了很多意見。北京煤炭科学研究院煤化学研究所和我部地質勘探司根据这些意見作了进一步修改。

茲决定将修改后的初稿作为煤炭化验操作規程草案。如在执行中有修正意見，希随时提出，以便我部在进一步修改时参考。

煤炭工业部

目 录

前言

第一章	煤的工业分析	5
第二章	烟煤胶质层指数的测定	51
第三章	煤的元素分析	74
第四章	煤中二氧化碳的测定	96
第五章	低温干馏试验	99
第六章	煤灰溶点的测定	108
第七章	煤灰成分的测定	120
第八章	煤炭真比重和假比重的测定	141
第九章	分析用试样的制样方法	147
附 录		154

第一章 煤的工业分析

第1节 总 则

1. 所有的测定项目都用两份试样进行测定（外在水分测定除外）；如果得出的试验结果超过允许误差，须进行第三次测定。分析结果应该采用两个在允许误差范围内的平均值。假如第三次的测定结果与前二次结果相比都在允许误差范围之内，则采取3次测定结果的算术平均值为试验值。

2. 在称取试样前，应将罐或煤样瓶卧放旋转两分钟，然后再在罐（或瓶）内用刮子或小匙搅拌，并分2~3次采取试样。不准许完全由表面上采样，应该从罐内的各个不同深处采取。

3. 称取约20克试样时，用工业天秤称准到0.01克；称取约10克试样时，用分析天秤称准到0.001克；称取1~2克试样时，须用分析天秤称准到0.0002克。

4. 须将装试样的全部器皿预先编号并称出皮重。称量瓶、瓷制方形浅盘及坩埚应放入干燥器中保存。在称取试样之前须检查器皿的皮重。新制成的瓷坩埚及浅瓷盘须预先在与试验相同的温度下灼烧至恒重然后使用。

5. 装有试样的热称量瓶、坩埚及瓷制方形浅盘，都应预先在空气中稍稍冷却，然后再放入干燥器中。

6. 应将分析试样装入用磨口塞或橡皮塞封闭好的玻璃瓶中保存。

7.同一試样的水分、灰分、揮发分的測定，应在3日內完成；其他項目則在7日內完成。如果超过7日，須另行測定一次水分，但湿度及温度变化較大地区的實驗室，对水分 W^a 含量大于5%的煤种，最好把水分、灰分、揮发分在同一天进行測定，其他項目則在3日內測定。

第2节 全分析試样的制备

把粉碎到粒度为0.20毫米的試样，在45~50°C的温度下干燥2—3小时后再在空气中干燥到空气干燥状态。

全分析試样制备的方法如下：

1.将粒度在3毫米以下的試样縮分到500克；粒度在1毫米以下者縮分到200~250克。如必須測定實驗室試样的总水分，应在未縮分試样之前，从試驗中取出供測定實驗室总水分 W^a 用的試样，并立即称重（参看本章第三节）。

2.将已縮分完毕的試样撒布在方形浅盘中，并使之在45~50°C徐徐干燥。粉碎到3毫米的烟煤及无烟煤应徐徐干燥2~3小时；粉碎到1毫米的烟煤及无烟煤应徐徐干燥1.5~2.0小时。但應該注意，方形浅盘內的煤层厚度不得超过10毫米。

在干燥过程中至少要将試样攪混3~4次。

3.将已經干燥的試样粉碎到0.20毫米。必須注意，不准用生鉄研钵粉碎試样。

将粉碎的試样仔細加以摻混，然后縮分到100~125克。縮分好的試样撒布在方形浅盘內，使之在實驗室的温度下干燥到空气干燥状态。随后，就将制成的全分析試样

装入玻璃瓶中保存。

將縮分后剩下的試样装入另一个玻璃瓶中并用蜡封保存起来，以备校对分析結果时使用。

第3节 水分的測定

一、測定目的

煤中的水分有3种存在状态：外在水分（湿存水）、内在水分（吸附水分）及化合水。外在水分是煤从煤层中吸收的地下水；内在水分又可分为胶凝水、表面吸附水、毛细孔吸着水及矿物質結晶水4类；化合水則系煤的有机質經過热分解而产生的，一般不加以測定。外在水分及内在水分的含量不仅直接影响煤的热值和煤的实用价值，而且，这些水分含量的高低（尤其是内在水分的高低）在一定程度上可以反映煤的变質程度，因而可以作为煤炭分类的参考指标。根据外在水分 $W_{\text{外}}$ 的含量可以初步推断矿井的排水情况。内在水分的含量还可作为初步观察这种煤是否已經风化的参考依据。更有现实意义的是： W^a 的数值是煤質分析中其他項目換算成无水基 x^a 和可燃基 x^r 的原始資料。应用煤全水分 W^p 是換算成电厂和机車等动力用煤不可缺少的指标——应用煤的低位发热量 Q_{HPL} 的基础。

二、實驗室試样总水分的測定

对于送交實驗室的装有总水分分析試样的玻璃瓶，須首先检查标籤及瓶塞的密闭情况。然后再取下瓶上的絕緣布，拭净装着試样的瓶，并用精密度为1克的工业天平称

量重量。如果称出的重量少于标签上的煤样毛重，应将减少的重量算作水分的损失量，并计算该量对净煤样重的百分数。计算煤的总水分时应加入这项损失。此后，根据煤样粒度按下列不同方法进行测定。

1. 测定 3 毫米以下的分析水分的实验室试样的水分：

测定方法的要点是将一份粉碎到 3 毫米的称量试样放在 $102\sim 105^{\circ}\text{C}$ 的空气干燥箱内干燥到恒重。

(1) 测定步骤：

首先将密闭在瓶内的试样仔细掺混，亦即，把瓶子往不同的方向翻轉 5 分鐘，然后再将瓶子打开，迅速取出两份重量各为 $20\sim 80$ 克的试样放在方形浅盘中，或取出各重为 $10\sim 15$ 克的试样放于称量瓶中，但，煤层的厚度不得超过 10 毫米。将方形浅盘内的煤称过重量以后，应轻轻振动使之铺平。将装有试样的器皿放在预先加热到 $102\sim 105^{\circ}\text{C}$ 的干燥箱内。在这样的温度下，无烟煤干燥 $2\sim 3$ 小时，烟煤煤种须干燥 2 小时。然后从干燥箱中取出装着试样的器皿，再将其放入干燥器中。冷却后称重，此后再每隔 1 小时继续进行一次检查性的干燥工作，直到 $20\sim 80$ 克试样的减量少于 0.02 克或 $10\sim 15$ 克试样的减量少于 0.01 克或重量有所增加时为止。在后一种情况下，必须采用倒数第二次称出的重量作为计算根据。干燥后算出的总减量占原称量试样的百分数，即为分析水分的实验室试样的水分 W^p 。

应该注意，在干燥箱内干燥装有试样的称量瓶时，必须使称量瓶的盖半开半闭；在干燥器中冷却以及称重时，瓶盖则须完全盖住。

(2) 測定結果的計算:

計算公式如下:

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

式中 W^p ——實驗室試樣中的總水分, %;

G_1 ——實驗室試樣干燥到恒重時的減量, 克;

G ——實驗室試樣的重量, 克。

原煤樣在運送途中如果水分有損失, 可依照下式求出補正後的總水分 $W^{p'}$:

$$W^{p'} = W_n + W^p \cdot \frac{100 - W_n}{100},$$

式中 W_n ——在運送途中水分損失量, %。

2. 測定13毫米以下的分析水分的實驗室試樣的水分:

測定方法的要點是將粉碎到13毫米的試樣干燥到空氣干燥狀態(這時將得出的減量化為百分數, 即外在水分 W_n), 然後把該試樣粉碎到3毫米, 並在102~105°C的空氣干燥箱內干燥至恒重。用前面列出的公式算出煤中的總水分 W^p 。

(1) 測定步驟:

擦淨裝有試樣的罐子, 再使用精密度為1克的工業天秤稱出其重量。然後, 將罐子內的全部試樣倒在金屬制的方形淺盤內並稱出試樣的重量。為了核對方形淺盤內的試樣淨重與罐內的試樣的原始重量, 應稱出空罐的重量, 再由試樣罐的總重量減去所得重量, 以求出試樣淨重。如計算淨重比稱量重量大, 並確信在操作過程中未損失樣品

时，可当作水分损失计入总水分中。方形浅盘内的煤层厚度不得超过25毫米。将方形浅盘内的试样摊平，使用人工干燥和天然干燥互相交替的方法，将试样干燥到空气干燥状态，亦即，先在温度为45~50°C的干燥箱内进行干燥，然后再于室温下自然干燥到空气干燥状态。

連續的人工干燥方法不得超过8小时。经过8小时的人工干燥阶段以后，从干燥箱中取出方形浅盘，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，其延續的干燥时间至少为8小时。如在自然干燥的最后阶段其重量变化不超过原试样重的0.3%，则認為干燥完成。如在自然干燥的最后阶段增加的重量超过0.3%，则須重新进行自然干燥。在所有的情况下都采用最后一次重量作为計算根据。干燥时的减量占试样最初重量的百分数，即为所求的外在水分 $W_{\text{外}}$ 。

必須注意，在干燥试样和每次称过重量后可攪拌试样，但不能造成试样的損失。

将已干燥到空气干燥状态的试样用粉碎机或研钵粉碎到3毫米以下，并縮分成250~300克。縮分试样是用縮分器或用人工縮分的方法进行。应使用能保持试样代表性的縮分器。用人工縮分法縮分试样的操作如下：将全部试样倒在大型金屬浅盘內，仔細摻混两遍并将试样堆成圓錐形，然后用鉄鏟或鉄板从圓錐体上部向下压成厚度不超过10毫米的圓錐台形，并用两条相互交叉的垂直綫将圓錐台分成4个扇形体。将两个对角扇形体抛弃，其余两个对角扇形体再重新做成圓錐体，以便再进行縮分。