

中等專業學校教學用書

煉焦化學生產的 實驗檢查

И. И. ГАПОН, А. Д. НИКИТИН 著
大連工學院化工系燃料專業教研室譯

高等教育出版社

中等專業學校教學用書



煉焦化學生產的實驗檢查

П. И. 加 邦, А. Л. 尼 基 金 著
大連工學院化工系燃料專業教研室譯

高等教育出版社

.....

本書係根據蘇聯國立黑色及有色冶金科技書籍出版社 (Государственное научно-техническое издательство литературы по черной и цветной металлургии) 1951 年出版的加邦 (И. И. Гапон) 和尼基金 (А. Д. Никитин) 所著“煉焦化學生產的實驗檢查” (Лабораторный контроль коксохимического производства) 一書譯出。原書經蘇聯冶金工業部教育司批准為煉焦化學中等技術學校教學參考書。

本書係根據蘇聯冶金工業部煉焦化學中等技術學校“高溫熱解過程工藝學”專業的“生產的檢查和工業分析”這門課程的教學大綱編寫而成。書中以淺顯易懂的形式敘述了煉焦化學工廠化驗室中所採用的各種化學和物理—機械檢查方法。同時對於每一操作方法的理論根據都作了簡短的講述以利於掌握書中的內容。

讀者應特別注意：必須得到正確的分析結果並仔細遵守本書各方法中的規定。

本書由大連工學院化工系燃料專業教研室集體翻譯。

煉焦化學生產的實驗檢查

書號288(譯266)

加 邦， 尼 基 金 著

大連工學院化工系燃料專業教研室譯

高 等 教 育 出 版 社 出 版

北 京 瑞 璜 廠 一 七 〇 號

(北京市書刊出版業營業許可證出字第〇五四號)

新 華 書 店 總 經 售

京 華 印 書 局 印 刷

北 京 南 新 華 街 甲 三 七 號

開本 850×1168 $\frac{1}{32}$ 印張 8 $\frac{1}{8}$ 字數 190,000

一九五五年四月北京第一版 印數 1—2,500

一九五五年四月北京第一次印刷 定價 (R) 1.23 元

目 錄

緒論	1
第一章 洗煤車間的生產檢驗	4
§ 1. 平均煤樣的採集法及其加工	5
§ 2. 煤中水分含量的測定	14
§ 3. 煤中灰分含量 (A) 的測定	17
§ 4. 快速分析法的意義	23
§ 5. 跳汰機操作的快速檢驗法	23
§ 6. 硫分總含量的測定	27
§ 7. 煤及焦中的灰分及總硫分的快速測定法	33
§ 8. 煤中揮發物排出量的測定	36
§ 9. 煤的篩析	43
煤的結焦性之測定	45
§ 1. 測定煤結焦性的膠質層法	45
§ 2. 用膠質層測定法選擇配煤	54
第二章 煉焦車間生產的檢驗	59
§ 1. 焦炭的平均樣品採取法	59
§ 2. 專為測定水分用樣品中原水分 (W^P) 的測定	64
§ 3. 分析用焦樣的製備 (蘇聯國家標準 ГОСТ 2669—44)	65
§ 4. 焦炭的分析樣品中水分含量 (W^a) 的測定	66
§ 5. 焦炭中灰分含量的測定 (A^a)	66
§ 6. 焦炭中硫分總含量的測定 ($S_{\text{о6щ}}^a$)	66
§ 7. 焦炭中硫分總含量的快速測定法	67
§ 8. 焦炭中揮發份 (V^a) 的測定	69
§ 9. 煤和焦中磷含量的測定	70
§ 10. 焦炭的篩分分析	75
§ 11. 焦炭機械強度的測定	76
§ 12. 焦炭真比重的測定	79
§ 13. 焦炭視比重的測定	81

第三章 煤氣的分析	84
§ 1. 焦爐氣的組成	84
§ 2. 煤氣的取樣	86
§ 3. 廢氣分析	87
§ 4. 用 TI 設備分析氣體	91
§ 5. 氣體發熱量的測定	100
§ 6. 焦爐煤氣比重的測定	103
第四章 硫銨車間生產的檢驗	105
§ 1. 硫銨車間檢驗程序	105
§ 2. 測量煤氣量的方法	105
§ 3. 原煤氣與回收煤氣中氮的測定	109
§ 4. 根據煤氣的分析數據以計算硫銨車間的最高生產率	113
§ 5. 揮發氮含量的測定	114
§ 6. 全氮量的測定	115
§ 7. 用碘量法測定硫化氫的含量	119
§ 8. 二氧化碳含量的測定	120
§ 9. 廢水中“活性” CaO 的測定	123
§ 10. 石灰的分析	124
§ 11. 硫銨母液的分析	125
§ 12. 製硫銨用的硫酸的分析	128
硫銨的分析	129
§ 1. 硫銨性質與生產工藝的關係	129
§ 2. 硫銨水分的測定	130
§ 3. 加苛性鈉煮沸以測定含氮量的方法	131
§ 4. 用蒸餾法測定氮素的含量	133
§ 5. 用甲醛法測定氮素	134
§ 6. 硫氰化合物含量的測定（定性測定）	136
§ 7. 濃氨水的分析	136
第五章 粗苯車間生產的檢驗	141
§ 1. 用活性碳吸收法測定煤氣中苯屬碳氫化合物的含量	141
§ 2. 粗苯的組成	146

§ 3. 100%的純苯含量的計算	148
粗苯的工業分析	150
§ 1. 比重的測定	150
§ 2. 沸點範圍的測定	151
§ 3. 洗油比重的測定	154
§ 4. 洗油中粗苯含量的測定	154
§ 5. 粗苯含量的快速測定法	156
§ 6. 含水量的測定	157
§ 7. 測定洗油中水和苯的含量及比重的意義	158
第六章 精餾車間生產的檢驗	162
§ 1. 純苯, 甲苯, 二甲苯的標準指標	162
§ 2. 純產品的分析: 苯、甲苯、二甲苯	165
§ 3. 純度的測定	170
§ 4. 溴價的測定	171
§ 5. 餾分的分析	173
§ 6. 粗苯中二硫化碳含量的測定	174
§ 7. 工業二硫化碳的分析	175
第七章 焦油分餾車間的生產檢驗及焦油產品的分析	182
焦油的工業分析	182
§ 1. 焦油的化學組成及加工	182
§ 2. 焦油的取樣	183
§ 3. 焦油比重的測定	184
§ 4. 焦油中水分的測定	185
§ 5. 焦油中游離碳的測定	187
§ 6. 蒸餾時餾分產率的測定	188
§ 7. 焦油蒸餾產品中酚含量的測定	190
§ 8. 焦油蒸餾產品中吡啶鹼含量的測定	192
§ 9. 焦油蒸餾產品中萘的測定	193
§ 10. 粗萘含量的測定	193
§ 11. 純萘總含量的測定	194
§ 12. 根據結晶溫度測定萘的方法	194

§ 13. 焦油蒸餾產品中蒽的測定	198
§ 14. 純蒽 $C_{14}H_{10}$ 含量的測定	199
由煤焦油中所得各種油類的分析	201
§ 1. 洗油的分析	201
§ 2. 由煤焦油中得到的木材防腐油的分析	206
由煤焦油中得出的瀝青的分析	211
§ 1. 瀝青試樣的採取	211
§ 2. 瀝青軟化點的測定	212
§ 3. 灰分含量的測定	215
§ 4. 游離碳含量的測定	215
§ 5. 水分含量的測定	216
§ 6. 揮發物的測定	216
蒽的分析	217
§ 1. 粗蒽樣品的採取	218
§ 2. 蒽中雜質測定方法的要點	218
§ 3. 含油量的測定	219
§ 4. 閃點的測定	220
酚鹽的分析	222
§ 1. 酚鹽溶液中酚含量的測定	223
萘的分析	225
§ 1. 灰分含量的測定	226
§ 2. 硫酸作用的試驗	226
煤焦油假漆的分析	227
瀝青焦的分析	230
§ 1. 技術條件	230
§ 2. 瀝青焦樣品的採集	230
§ 3. 二氧化矽含量的測定	231
§ 4. 氧化鐵含量的測定	233
§ 5. 試劑的製備	233
第八章 吡啶鹼類生產的檢驗	236
§ 1. 飽和器前及飽和器後煤氣中吡啶鹼含量的測定	236

§ 2. 飽和器母液中吡啶鹼的測定	239
§ 3. 硫酸銨中吡啶鹼的測定	240
粗吡定鹼的分析	240
§ 1. 水分含量的測定	240
§ 2. 粗產品中純吡啶鹼百分含量的測定	241
§ 3. 中性油含量的測定	242
§ 4. 分出的粗吡啶鹼的沸點範圍的測定	242
§ 5. 粗苯及其各餾分中吡啶鹼含量的測定	244
參考書刊	247

緒 論

蘇聯在偉大的十月社會主義革命之後，開始空前地發展了煉焦工業。1935年焦炭的生產已超過1913年產量的2倍，到1941年在焦炭生產方面蘇聯已佔全世界的第一位。在偉大的衛國戰爭時期，雖然是處於戰時的困難條件下，但仍然擴充了舊有的和建立了許多新的煉焦化學工廠。

蘇聯的煉焦化學是在新的技術、自動化的管理、連續生產以及以社會主義競賽和斯達哈諾夫工作方法而積極勞動的基礎上發展起來的。

化學實驗室是煉焦化學生產總體中不可缺少的一部分，完全不可以想像，沒有工廠實驗室的經常不斷的在車間中分析原料、半成品、成品以及對技術操作過程的檢查工作，而可以獲得質量優良的焦炭以及由煤氣中得到產量高、質量合於要求的化學產品——硫酸銨、苯等等。

工廠化學實驗室的基本任務是：

1. 對於所有用於生產的原料進行化學分析，檢查其是否合於規定的標準。

這個任務的重要性是非常明顯的，因為在原料、燃料和動力最低消耗的條件下，只有優良質量的原料才能保證生產出來的產品合乎要求標準。

2. 技術操作過程的化學檢驗。

這是前面一個任務的結果，因為只有系統而正規的檢查生產的半成品之質量才能保證生產質量優良的最終產品。

3. 為了公正地評定生產結果，對產品要實行檢驗制(паспортизация)，也就是要測定產品的質量。

工廠製造的成品必須合於規定的技術條件或蘇聯國定標準(ГОСТ)。

工廠實驗室的工作不能局限於上述的任務,同時也包括對生產過程中的各部分的研究工作,以使在技術上合理化或廣泛地貫徹生產革新者之斯達哈諾夫式的經驗。

化學的技術檢驗能迅速發現過程是否與標準不符,尤其是應用所謂快速測定裝置,直接在設備附近進行檢驗時更能迅速發現。

工廠中的化學實驗室要和技術檢驗科配合着進行工作。

技術檢驗科的任務是:

- 1) 選擇和分配原料、半成品及成品的樣品;
- 2) 生產過程的技術檢驗;
- 3) 根據標準檢驗產品的質量。

標準(蘇聯國定標準 ГОСТ 之簡稱),是經蘇聯部長會議直屬的全蘇標準委員會批准並有法律上的效力的一個技術法令,在標準中規定了:材料、產品或原料的名稱,這些物質的鑑定法、用途以及在標準中最重要的部分——技術條件;技術條件中規定了某些物質含量的允許範圍、包裝和商標、驗收規程、取樣方法以及試驗方法等。

合理的生產檢驗組織必須達到兩項基本要求:1)必須迅速的獲得檢驗的結果,2)所得的結果必須正確。因此在工廠裏的檢驗機構(化學實驗室、技術檢驗科、檢驗測量儀器管理科)的肩上有着一系列的複雜任務;這些任務現在還只解決了一部分,還有相當大的一部分期待解決。

由被試驗的材料中所取的平均樣品必須具有代表性,解決這個問題的最正確的辦法是要依靠選取平均樣品的自動化來解決。

如果由正確取得的平均樣品中製備實驗室用的樣品時需要化費很多的體力勞動(例如由大批的焦炭或煤中取樣),則可能在加

工過程中或有時由於工作的不注意(如拋棄了難於粉碎的硬塊等等)而產生超過允許範圍之外的錯誤。這個問題的正確解決就是要使這個過程機械化:可以更快的獲得結果,並且也更可靠,同時機械化的勞動代價也要低於人工勞動的代價。

如果說檢驗原料或成品可以用一般的化學分析方法,那麼對於生產操作過程和得到的半成品之檢驗就應當力求採用快速分析法。

自動化的檢驗機構應當認為是解決這個問題的好辦法(如採用自動氣體分析器、液體比重自動測定器等),而最好的辦法是利用調節某些主要因素的方法使生產操作過程進行自動化的管理。

上述關於煉焦化學生產過程之檢驗和調節的工作方向中尚有很多需待解決的問題,因現在自動化和機械化在這方面的發展尚很不够。

但必須指出,蘇聯的煉焦化學工作者在研究煉焦化學生產過程檢驗方法的問題上曾起了很大的作用,在這方面蘇聯的學者並未從革命前的俄國得到任何遺產,並拒絕盲目地摹倣外國的煉焦化學,在很多方面都完全是以自己獨創的方法進行工作,例如已經研究出來的有:薩保茲尼可夫(Сапожников)教授的煤的結焦性膠質層測定法,此法對於配煤給以最重要的鑑定;朱可夫(Жуков)的測定萘的純度裝置;莫斯科熱工學院氣體分析裝置;焦炭中硫分的快速測定法及其他等等。

第一章 洗煤車間的生產檢驗

煉焦化學工廠的主要產品是用於冶金工業的焦炭。

冶金焦必須是 25 毫米以上的焦塊，具有很大的機械強度和孔隙，同時要盡可能少含灰分和硫分。

冶金焦並不是任何煤都可以煉成的，只有具備為煉得優良品質的焦炭所必需的全部性質的 K 種煤，或煉焦煤方可，但這一種煤的埋藏量是有限的。由於冶金工業的迅速發展，對於焦炭的需要一直在不斷的增長着，因此在煉焦方面就要廣泛採用其他種類的煤（如 ПЖ, ПС, Г, Т），而單獨的使用這些煤煉焦是不能得到品質優良的焦炭，但是若經過適當選擇，並以適當的方法將各種不同的煤混在一起用以煉焦時，也完全可以得到品質優良的冶金焦。

在煉焦之前，原煤要經過洗選。洗選就是從原煤中排除礦物混雜物，以提高其質量的過程。

洗煤是在洗煤場或在煉焦化學工廠內的洗煤車間中進行的。

對運到煉焦化學工廠的原煤或洗煤的檢收和保管，以及這些煤的粉碎和從各種不同種類的煤配成煉焦配煤等工作都是在煉焦化學工廠的配煤車間進行。

為了保證能生產質量合於要求的焦炭，應當在運煤入工廠煤倉時，對煤的質量進行精密的檢驗，入庫以後要加以合理的貯藏，並要檢查洗煤、配煤以及煉焦車間等所有的操作過程。

在洗煤車間或在洗煤場中，除了保證所配出的煤能煉出具有很大的機械強度和含有最少量的灰分及硫分的焦炭之外，並要求在所配得之煤中含有最少的水分，最大也不能超過 9%，因為現在已確知配煤的水分，每提高 1%，將延長煉焦時間 20 分鐘，並將降低煉焦室體積的利用率。此外配煤的水分過大也會加速爐壁的破

損。

§ 1. 平均煤樣的採集法及其加工

一般的採樣原則

煤的組成並不是均勻的。由於煤的各種指標不均勻，就使採取具有代表性的樣品，也就是採取能正確代表大批被檢驗煤的性質的樣品時，有很多困難。

以不正確的方法採集樣品會使分析結果沒有價值。因此在檢驗煤焦質量的過程中，對於採取樣品的問題必須特別注意。在採取和製備煤的平均樣品時應該區別：

1) 原始樣品：包括由被檢驗的煤堆、焦堆或其他種類的燃料堆中直接取出的各部分樣品的總量。

2) 配合樣品：將各種原始樣品縮取（即四分）並分成若干部分，這樣進行若干次之後再將其餘下的部分按比例混合，即製得配合樣品。

3) 實驗室樣品：為將原始樣品及配合樣品經過充分分割以後而製得者，它是供給實驗室做實驗用的。

原始樣品是由車箱、運送機、吊車及礦坑的運煤車或其他裝置中取得的，這些樣品應從各種不同品種和種類的燃料中分別選出。

各種原始樣品是由被檢驗的燃料（煤、焦等）堆中平均分配在所有煤堆各處的各點取出相等重量的各部分所組成的；因此所取出的各部分必須能大約代表每個同一重量的被檢驗的燃料堆。

採取燃料（煤、焦等）樣品的標準要根據燃料塊的大小（粒度的組成，гранулометрический состав）和灰分含量來規定，被檢驗燃料堆中的塊愈大，則採取原始樣品時，在各部所選的樣品量就要愈多，對於各種粒度不同的煤所應取樣的重量有一定的標準（蘇聯國定標準 OCT 10.0—39）。

焦炭的取樣重量也同樣有規定(蘇聯國定標準 ГОСТ 2669—44)。

從鐵路上的貨車取樣

根據燃料塊度的大小,來決定每堆所選出之煤樣重量,而應取出煤樣的份數則根據其灰分而定,在採集原始樣品時所採用的灰分是按照規定的最高標準灰分含量確定的。

對於原煤(рядовой уголь)及經過篩分的煤,採樣的重量及所採的份數可根據表 1 和表 2 決定。

表 1 原煤及篩過的煤每份採樣的重量

塊的大小, 毫米	0—25	0—50	0—75	0—100	原 煤
每份採樣重, 公斤	1	2	3	4	5

表 2 原煤及篩過的煤採樣的份數

灰分含量的最高標準(А%), %	10以下	10—15	15—20	>20
最少採樣份數	60	90	120	180

對於篩分過的煤, 其每份採樣的重量及所採的份數與其塊度大小的關係如表 3 及表 4 所示:

表 3 篩分過的煤每份採樣的重量

塊的大小, (毫米)	25以下	26—50	51—75	76—100	>100
每份採樣重, 公斤	1	2	3	4	5

若從小於 25 毫米的煤塊中分別地取樣時, 要在把裝入車箱中的煤的表面弄平以後, 從挖入 0.3 公尺深的地方取之。若煤塊大於

25毫米時，則需挖入0.4、0.5或0.6公尺深處取之。

表4 篩過的煤採樣的份數

灰分含量的最高標準 (Ac), %	10以下	10—15	>15
最少採樣份數	60	90	120

在每處所取的只是樣品的一部分。不准把礦石或硫鐵礦石以及其他東西拋除掉，總之，在取樣過程中，不准用任何方法把落在鐵鍬上的煤樣加以變動，只有大於150毫米的煤塊和廢石才可以拋掉。在大於150毫米的大塊中採取一整塊或幾整塊以製備超過表1或表2所提出數量的部分樣品，採取時應當使取樣地點平均分配在同一批煤所包括的各個車箱的所有大塊煤中，再從取得的一塊或幾塊大塊煤上放下一部分或幾部分有代表性的煤，每份的總重量為5公斤。在採取這些大塊煤時應當盡量採取被檢驗煤堆中超過150毫米的大塊。必須從大於150毫米的大塊煤中採取的樣品，其份數的確定方法是以前述表上所寫的取樣份數乘以煤中大塊含量的百分數再除以100而得。

例：在一批原煤中灰分的最大含量大於20%。由小於150毫米煤塊中所採煤樣的總份數按照表？應為180。煤中大於150毫米的煤塊含量為煤的總重量的5.5%^①，則應從大於150毫米大塊煤中採取樣品的份數是：

$$\frac{180 \times 5.5\%}{100} = 9.9 \text{ 或化整數為 } 10.$$

假如此批原煤包括60個車廂，則每六個車廂中應從大於150毫米的大塊煤中取樣一次。

要取貨樣的這一批原煤包括60個車廂，其總重量為1080噸。假定車廂的容積是18噸。凡容積由18到35噸的車廂按兩個車廂計算，容積大於35噸時則按3個車廂計算。

① 大於150毫米的塊煤含量百分率可作為某礦出煤的特徵，應該用週期稱量（每月稱量一次）的方法測定之。

假若在某一煤中煤塊的大小並不合於上述表 1、2、3、4 的範圍時，則在這批煤中每份樣品的重量要根據表中的最大尺寸來計算，例如，被檢驗的一批煤中，煤塊的大小是 15—39 毫米，則所取的每份原始樣品的重量用 2 公斤。若被檢驗的煤塊是 0—135 毫米，則每份原始樣品的重量用 5 公斤。

決定在每個車廂中應取樣品份數的方法是以裝煤的車廂數除在表 4 上所寫的取樣的總份數。若所除得的是整數則此數即為各車廂中應取之樣品份數。如除得結果有小數時，則按着車廂的總數平均地分配於車廂之間。

例：裝原煤的車廂是 60 個，原煤灰分爲 14%；按着表 1 及表 2，取樣的總份數應爲 90。由每一車廂中取一份，然後再每隔 1 個車廂取一份。

分別取來的樣品要放在盛樣品的木製或鐵製的小盒子裏，再由這些小盒中把樣品倒入帶有把手的箱子裏以便把樣品搬運至試驗的地方。

裝樣品小盒的長度不應小於取樣用的鏟子或鍬的寬度，當篩過的煤塊大至 50 毫米時，小盒的寬度應爲 100 毫米；若煤塊大於 50 毫米時，即或是原煤，盒寬也要有 150 毫米。盛樣品盒的容積要比樣品所佔容積（即重量）大 25%。在盒中所刻的規定線，應當正確地表示出每份所取樣品的容積（即重量）。假如樣品沒能裝到盒內的規定線或盒子裝不了的時候，則把樣品倒出，重新在原地方取一次樣。

爲了保存原始樣品，所取各種樣品要按着煤的品號和種類分別地放在盒子內。

在保存樣品的盒子上應當附以標籤，在標籤上要記載：礦坑名稱，煤的品號和種類，來到的車廂數，取樣的日期等。

對於所有各品號及所有各種類的煤各份樣品的採取位置，都是按圖 1 所示。在此圖上分子是表示分配在車廂中的各取樣位

置,分母是表示取樣的深度,此深度由煤的表面算起,以公尺表示。

當車廂的中間沒有裝煤時(如在帶蓋的車箱中),則17與19兩點移至車廂內左邊的斜坡上並靠近裝煤邊緣的地方,而18與20兩點則移向右邊。

按着圖上所示的順序,在第一批車廂內由點1至20取完20份以後,再在其次的車廂內也用同樣的手續重複進行之。

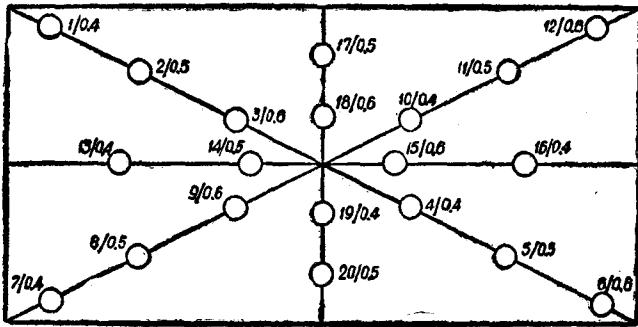


圖1 由車廂中採取煤樣簡圖。

分子上由1到20的數字表示煤樣採集的順序;分母

上0.4、0.5、0.6等數字表示由煤表面採樣的深度。

例：自60個車廂中應採取90份煤樣。在這種情況下按圖所示的地點(圖1)在0個車廂中每一車廂取出一份來。此外,還須要按圖所示的各點再每隔一車廂取出一份來。

工業分析所需樣品的準備工作

對於原始樣品的加工過程和工業分析原始樣品的準備過程的基本要求,是樣品在加工過程的每一個階段以及所有的指標都須能够具有代表性。爲了達到這種要求,所取的各份原始樣品,應當放在便於搬運的密閉的盒子裏;原始樣品在加工以前應當保存在涼的或者不大熱的地方,並且要放在密閉的箱子裏。原始樣品由