



中华人民共和国国家标准

GB 474—1996

煤 样 的 制 备 方 法

Preparation of coal sample

1996-06-14 发布

1997-02-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
煤 样 的 制 备 方 法
GB 474—1996

*

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:68522112

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
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3.24 字数 10千字
1996年12月第一版 1997年5月第三次印刷
印数 2 501—4 700

*

书号: 155066·1-13266 定价 6.00 元

*

标 目 300—06

中华人民共和国国家标准

煤 样 的 制 备 方 法

GB 474—1996

Preparation of coal sample

代替 GB 474—83

本标准等效采用了 ISO 1988—1975《硬煤——采样》第 8 章“全水分测定煤样的制备”和第 9 章“一般分析煤样的制备”。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了煤样制备的总则、设施、设备、工具、试剂和操作步骤。

本标准适用于将各种煤的商品煤样、煤层煤样、生产煤样、生产检查煤样、煤芯煤样和其他煤样制备成一般分析用煤样或特殊分析用煤样。

2 引用标准

- GB 475 商品煤样采取方法
- GB 211 煤中全水分的测定方法
- GB 212 煤的工业分析方法
- GB 217 煤的真相对密度测定方法

3 制样总则

3.1 制样的目的是将采集的煤样,经过破碎,混合和缩分等程序制备成能代表原来煤样的分析(试验)用煤样。制样方案的设计,以获得足够小的制样方差和不过大的留样量为准。

3.2 煤样制备和分析的总精度为 $0.05A^2$, 并无系统偏差。 A 为采样、制样和分析的总精密度(见 GB 475)。 A 值的规定见附表 A1。

3.3 在下列情况下需要按附录 A 规定检验煤样制备的精密度:

- a. 采用新的缩分机和破碎缩分联合机械时;
- b. 对煤样制备的精密度发生怀疑时;
- c. 其他认为有必要检验煤样制备的精密度时。

4 试剂

4.1 氯化锌(HG/T 2323):工业品。

4.2 硝酸银溶液:1%水溶液。称取约 1 g 硝酸银(GB 670)。溶于 100 mL 水中,并加数滴硝酸(GB/T 626),贮存于深色瓶中。

5 设施、设备和工具

5.1 煤样室(包括制样、贮样、干燥、减灰等房间)应宽大敞亮,不受风雨及外来灰尘的影响,要有防尘设备。

制样室应为水泥地面。堆掺缩分区,还需要在水泥地面上铺以厚度 6 mm 以上的钢板。贮存煤样的

房间不应有热源,不受强光照射,无任何化学药品。

5.2 适用制样的破碎机为颚式破碎机、锤式破碎机、对辊破碎机、钢制棒(球)磨机、其他密封式研磨机以及无系统偏差、精密度符合要求的各种缩分机和联合破碎缩分机等。

5.3 手工磨碎煤样的钢板和钢辊。

5.4 不同规格的二分器(如图1所示),二分器的格槽宽度为煤样最大粒度的2.5~3倍,但不小于5 mm。格槽数目两侧应相等,各格槽的宽度应该相同,格槽等斜面的坡度不小于60°。

5.5 十字分样板、平板铁锹、铁铲、镀锌铁盘或搪瓷盘、毛刷、台秤、托盘天平、增砣磅称、清扫设备和磁铁。

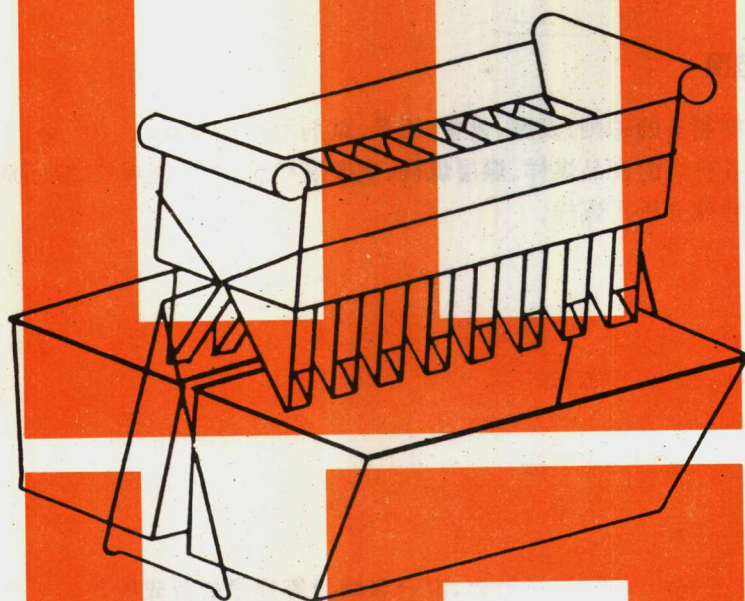


图1 二分器示意图

5.6 贮存全水分煤样和分析试验煤样的严密容器。

5.7 振筛机和孔径为25,13,6,3,1和0.2 mm及其他孔径的方孔筛,3 mm的圆孔筛。

5.8 可控制温度在45~50℃的鼓风干燥箱。

5.9 减灰用的布兜或抽滤机和尼龙滤布。

5.10 捞取煤样的捞勺,用网孔0.5 mm×0.5 mm铜丝网或网孔近似的尼龙布制成。捞勺直径要小于减灰桶直径的1/2。

5.11 减灰用的桶和贮存重液的桶,用镀锌铁板、塑料板或其他防腐蚀材料制成。

5.12 液体相对密度计一套,测量范围为1.00~2.00,最小分度值为0.01。

6 煤样的制备

6.1 收到煤样后,应按来样标签逐项核对,并应将煤种、品种、粒度、采样地点、包装情况、煤样质量、收样和制备时间等项详细登记在煤样记录本上,并进行编号。如系商品煤样,还应登记车号和发运吨数。

6.2 煤样应按本标准规定的制备程序(见图2)及时制备成空气干燥煤样,或先制成适当粒级的试验室煤样。如果水分过大,影响进一步破碎、缩分时,应事先在低于50℃温度下适当地进行干燥。

6.3 除使用联合破碎缩分机外,煤样应破碎至全部通过相应的筛子,再进行缩分。粒度大于25 mm的煤样未经破碎不允许缩分。

6.4 煤样的制备既可一次完成,也可分几部分处理。若分几部分,则每部分都应按同一比例缩分出煤样,再将各部分煤样合起来作为一个煤样。

6.5 每次破碎、缩分前后,机器和用具都要清扫干净。制样人员在制备煤样的过程中,应穿专用鞋,以免污染煤样。

对不易清扫的密封式破碎机(如锤式破碎机)和联合破碎缩分机,只用于处理单一品种的大量煤样时,处理每个煤样之前,可用采取该煤样的煤通过机器予以“冲洗”,弃去“冲洗”煤后再处理煤样。处理完之后,应反复开、停机器几次,以排净滞留煤样。

6.6 煤样的缩分,除水分大、无法使用机械缩分者外,应尽可能使用二分器和缩分机械,以减少缩分误差。

6.7 缩分后留样质量与粒度的对应关系见图 2。

粒度小于 3 mm 的煤样,缩分至 3.75 kg 后,如使之全部通过 3 mm 圆孔筛,则可用二分器直接缩分出不少于 100 g 和不少于 500 g 分别用于制备分析用煤样和作为存查煤样。

粒度要求特殊的试验项目所用的煤样的制备,应按本标准的各项规定,在相应的阶段使用相应设备制取、同时在破碎时应采用逐级破碎的方法。即调节破碎机破碎口,只使大于要求粒度的颗粒被破碎,小于要求粒度的颗粒不再被重复破碎。

6.8 缩分机必须经过检验方可使用。检验缩分机的煤样包括留样和弃样的进一步缩分,必须使用二分器。

6.9 使用二分器缩分煤样,缩分前不需要混合。入料时,簸箕应向一侧倾斜,并要沿着二分器的整个长度往复摆动,以使煤样比较均匀地通过二分器。缩分后任取一边的煤样。

6.10 堆锥四分法缩分煤样,是把已破碎、过筛的煤样用平板铁锹铲起堆成圆锥体,再交互地从煤样堆两边对角贴底逐锹铲起堆成另一个圆锥。每锹铲起的煤样,不应过多,并分两三次撒落在新锥顶端,使之均匀地落在新锥的四周。如此反复堆掺三次,再由煤样堆顶端,从中心向周围均匀地将煤样摊平(煤样较多时)或压平(煤样较少时)成厚度适当的扁平体。将十字分样板放在扁平体的正中,向下压至底部,煤样被分成四个相等的扇形体。将相对的两个扇形体弃去,留下的两个扇形体按图 2 程序规定的粒度和质量限度,制备成一般分析煤样或适当粒度的其他煤样。

煤样经过逐步破碎和缩分,粒度与质量逐渐变小,混合煤样用的铁锹,应相应地适当改小或相应地减少每次铲起的煤样数量。

6.11 在粉碎成 0.2 mm 的煤样之前,应用磁铁将煤样中铁屑吸去,再粉碎到全部通过孔径为 0.2 mm 的筛子,并使之达到空气干燥状态,然后装入煤样瓶中(装入煤样的量应不超过煤样瓶容积的 3/4,以便使用时混合),送交化验室化验。

空气干燥方法如下:将煤样放入盘中,摊成均匀的薄层,于温度不超过 50℃ 下干燥。如连续干燥 1 h 后,煤样的质量变化不超过 0.1%,即达到空气干燥状态。空气干燥也可在煤样破碎到 0.2 mm 之前进行。

6.12 煤芯煤样可从小于 3 mm 的煤样中缩分出 100 g,然后按 6.11 规定制备成分析用煤样。

6.13 全水分煤样的制备

6.13.1 测定全水分的煤样既可由水分专用煤样制备,也可在制备一般分析煤样过程中分取。

6.13.2 除使用一次能缩分出足够数量的全水分煤样的缩分机外,煤样破碎到规定粒度后,稍加混合,摊平后立即用九点法(布点如图 3)缩取,装入煤样瓶中封严(装样量不得超过煤样瓶容积的 3/4),称出质量,贴好标签,速送化验室测定全水分。全水分煤样的粒度和质量详见 GB 211。全水分煤样的制备要迅速。

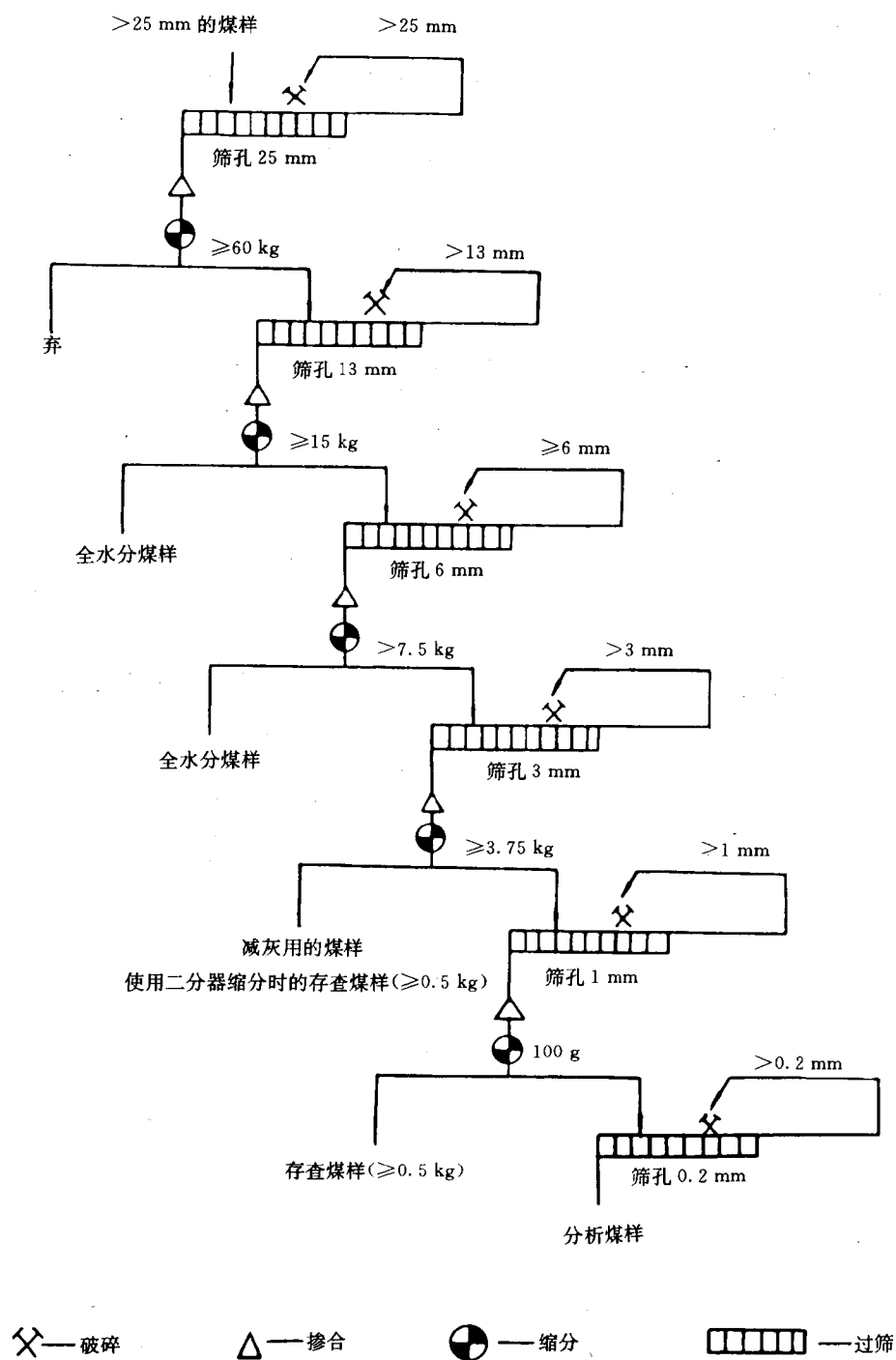
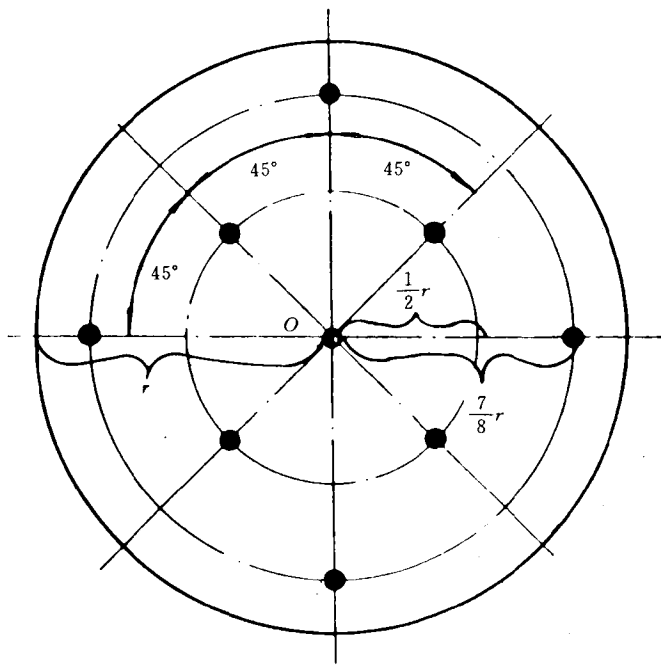


图 2 煤样的制备程序



O—煤样堆的中心; r —煤样堆的半径

图 3 九点法取全水分煤样布点示意图

6.14 存查煤样,除必须在容器上贴标签外,还应在容器内放入煤样标签,封好。标签格式可参照表 1。

表 1 标签

分析煤样编号	
来样编号	
煤矿名称	
煤样种类	
送样单位	
送样日期	
制样日期	
分析试验项目	
备 注	

- 6.14.1 一般存查煤样的缩分见图 2。如有特殊要求,可根据需要决定存查煤样的粒度和质量。
- 6.14.2 商品煤存查煤样,从报出结果之日起一般应保存 2 个月,以备复查。
- 6.14.3 生产检查煤样的保存时间由有关煤质检查部门决定。
- 6.14.4 其他分析试验煤样,根据需要确定保存时间。

7 煤样的减灰

7.1 灰分大于 10%的煤,需要用浮煤进行分析试验时,应将粒度小于 3 mm 的原煤煤样放入重液中减灰。

7.2 减灰重液为氯化锌水溶液。重液的相对密度规定如下：

7.2.1 烟煤、褐煤一般用相对密度为 1.4 的重液减灰，如用该重液减灰后灰分仍大于 10%，应另取煤样用相对密度为 1.35 的重液减灰，如灰分仍大于 10%，则不再减灰。

7.2.2 无烟煤用的减灰重液相对密度(减灰相对密度)可按原煤样的干基真相对密度(TRD_{20}^{20})_d、干燥无矿物质基真相对密度(TRD_{20}^{20})_{dmmf}和干基灰分(A_d)的关系式计算。

$$(\text{TRD}_{20}^{20})_d = (\text{TRD}_{20}^{20})_{dmmf} + 0.01A_d \quad (1)$$

减灰相对密度的计算步骤如下：

a. 先按 GB 212 和 GB 217 分别测定出原煤的水分、灰分和真相对密度。用原煤干基灰分和干基真相对密度按式(2)算出干燥无矿物质基真相对密度：

$$(\text{TRD}_{20}^{20})_{dmmf} = (\text{TRD}_{20}^{20})_d - 0.01A_d \quad (2)$$

b. 根据干燥无矿物质基真相对密度计算出灰分为 8% 的浮煤的干基真相对密度(TRD_{20}^{20})_{f,d}。

$$(\text{TRD}_{20}^{20})_{f,d} = (\text{TRD}_{20}^{20})_{dmmf} + 0.01 \times 8 \quad (3)$$

将计算出的(TRD_{20}^{20})_{f,d}值的小数第二位四舍九改(即 0.04 及以下均取为 0.00; 0.09~0.05 均取为 0.05)取 0 或 5, 即为减灰相对密度。

重液的配制参见表 2。

表 2 重液的相对密度和重液中氯化锌的浓度

相对密度	氯化锌在水溶液中的浓度, g/L
1.30	30.4
1.35	34.6
1.40	38.5
1.45	42.2
1.50	45.7
1.55	49.0
1.60	52.1
1.65	55.0
1.70	57.8
1.75	60.5
1.80	62.9
1.85	65.4
1.90	67.8

7.3 减灰操作步骤：

7.3.1 煤样减灰之前，先用相对密度计测量重液的相对密度，使其达到所要求的值。

7.3.2 先在粒度小于 3 mm 的煤样中加入少量重液，搅拌，至全部润湿后再加入足够的重液，充分搅拌，然后放置至少 5 min，用捞勺沿液面捞起重液上的浮煤，放入布兜或抽滤机中，再用水洗净煤粒上的氯化锌。煤化程度低的煤(如褐煤、长焰煤)先用冷水把表面的氯化锌冲掉，然后再用 50~60℃ 的热水浸洗一、两次，每次至少 5 min，最后再用冷水冲净。

煤粒上的氯化锌冲洗干净的标志是：分别用试管接取同体积的净水和冲洗过煤的水，往试管中各加 2 滴 1% 的硝酸银溶液，其乳浊度相同。

7.3.3 减灰后的浮煤，倒入镀锌铁盘或其他不锈钢浅盘中(煤样厚度不超过 5 mm)，在 45~50℃ 的恒温干燥箱中进行干燥后，再根据化验要求按原煤制样的有关规定制备煤样。

附录 A

制备煤样全过程的精密度的检验方法

(补充件)

本方法的目的是检验实测值和 $0.05A^2$ 之间的差值是否有显著性。

A1 首先将煤样混匀后分为两部分(或缩分出两部分),然后,再分别把每一部分当作一个煤样单独处理,以得到两个分析煤样。分别按 GB 212 化验这两个分析煤样的水分、灰分,算出干基灰分,并求出两者干基灰分的差值(h)。

做 20 个同种煤的煤样。连续 10 个 h 值的绝对值为一组(不能选择分组),求出每组的平均值 $\bar{h}$ 。

A2 连续两组的平均值 $\bar{h}$ 均小于 $0.37A$,则认为煤样制备精密度符合要求。如果有一组的平均值 $\bar{h}$ 大于 $0.37A$,就表明制样方差过大,需要检查原因,采取改进措施,使之符合精密度要求(见表 A1)。

表 A1 采样、制样和分析总精密度

原煤、筛选煤		精煤	其他洗煤 (包括中煤)
干基灰分 $\leq 20\%$	干基灰分 $> 20\%$		
$\pm 1/10 \times \text{灰分}$ 但不小于 $\pm 1\%$ (绝对值)	$\pm 2\%$ (绝对值)	$\pm 1\%$ (绝对值)	$\pm 1.5\%$ (绝对值)

附录 B

缩分机的检验方法

(补充件)

本方法的目的是检验缩分机(包括破碎缩分机)的精密度是否符合 $0.05A^2$ 的要求和缩分机有无系统偏差。

B1 精密度的检验

B1.1 把从缩分机缩分出来的少量煤样和大量煤样用二分器缩分,制备成空气干燥煤样,按 GB 212 化验水分、灰分,算出干基灰分,并求出两者干基灰分的差值(h)。

至少做 20 个同种煤的煤样。连续的 10 个 h 值的绝对值为一组(不能选择分组),求出每组的平均值 $\bar{h}$ 。

注:如缩分机能同时缩分出 2 个以上的少量煤样,则算出每个煤样与弃样间的干基灰分的差值 $h_1, h_2, \dots$ 。

B1.2 连续两组的平均值 $\bar{h}$ 均小于 $0.37A$,则认为煤样制备精密度符合要求。如果有一组的平均值 $\bar{h}$ 大于 $0.37A$,则不符合要求。

B2 系统偏差的检验

B2.1 把本附录 B1.1 条中算出的至少 20 个煤样的各个干基灰分的差值 d (带正负号)代入式(B1)和(B2),求出平均差值 $\bar{d}$ 和方差 V_d 。

$$\bar{d} = \frac{\sum d}{n} \quad \dots\dots\dots (B1)$$

$$V_d = \frac{\sum d^2 - \frac{(\sum d)^2}{n}}{n-1} \quad \dots\dots\dots (B2)$$

式中：n——差值的数目。

再把 $\bar{d}$ 、 V_d 和 n 代入式(B3)，求出计算值 t_c 。

$$t_c = \frac{|\bar{d}| \sqrt{n}}{\sqrt{V_d}} \quad \dots\dots\dots (B3)$$

从表 B1(t 值表)查出自由度 $n-1$ 、显著性水平为 0.05 的 t 值。

如果 $t_c > t$ ，则认为缩分机有系统偏差，其估计值为 $\bar{d}$ 。

表 B1 t 值表

自由度	$t_{0.05}$	自由度	$t_{0.05}$
9	2.26	22	2.07
10	2.23	23	2.07
11	2.20	24	2.06
12	2.18	25	2.06
13	2.16	26	2.06
14	2.16	27	2.05
15	2.13	28	2.05
16	2.12	29	2.04
17	2.11	30	2.04
18	2.10	40	2.02
19	2.09	60	2.00
20	2.09	120	1.98
21	2.08	∞	1.98

附加说明：

本标准由中华人民共和国煤炭工业部提出。

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北京煤化学研究所负责起草并解释。

本标准主要起草人孟宪英、段云龙。

本标准于 1964 年 10 月首次发布。