

煤、焦炭及土焦油的 土法检验

钢铁研究院煤焦化学研究室

冶金工业出版社

煤、焦炭及土焦油的 土法檢驗

鋼鐵研究院煤焦化學研究室

冶金工業出版社

出版者的話

改进土焦質量是提高鋼鉄質量重要途徑之一。而為改进土焦質量，則必須进行土法檢驗工作。“煤、焦炭及土焦油的土法檢驗”这本小冊子是鋼鉄研究院煤焦化学研究室根据党的“土洋結合”的方針，在进行了試驗的基础上編写出来的。根据这本冊子所介紹的方法，只要用50元，就可以建立一个簡易的化驗室，而走向自力更生的道路。这对提高土焦質量，从而保証鋼鉄生产大跃进将会起到促进的作用。

煤、焦炭及土焦油的土法檢驗

鋼鉄研究院煤焦化学研究室

編輯：柴彬哲 設計：周广珍 童煦菴 校對：夏其五

1959年1月第一版 1959年4月北京第二次印刷 6,000册(累計11,500册)

787×1092· $1\frac{1}{32}$ ·43,000字·印張 $1\frac{4}{32}$ ·定價0.12元

北京五三五工厂印

新华書店發行

書号 1407

冶金工业出版社出版(地址：北京市灯市口甲45号)

北京市書刊出版业营业許可証出字第093号

目 录

序言.....	4
一、制样.....	5
二、煤和焦炭的分析方法.....	8
三、土焦油的分析方法.....	20
四、問題与討論.....	25
五、結束語.....	31
六、附录.....	31

序 言

在1958年的元旦獻禮中，我們煤焦化學研究室根據黨的“土洋結合”的方針，在進行了試驗的基礎上編出了“煤、焦炭及土焦油的土法檢驗”這本小冊子。儘管這本小冊子裡面還有許多缺陷，例如這些自制儀器精密性的標定及其本身的誤差尚未做進一步論述，但它的成書，在全國鋼鐵大軍正以一手抓產量、一手抓質量的情況下，具有非常現實的意義。為了提高鋼鐵的質量，改進土焦的質量是其中重要途徑之一，而改進土焦的質量，則必須進行檢驗工作。根據這本小冊子介紹的方法，只要用50元，就可以建立一個簡單的試驗室來檢驗煤、焦炭及土焦油。因此，到處都可以建立，而走向自力更生的道路。這對提高土焦質量，從而保證鋼鐵生產大躍進將會起到促進的作用。

參加這本小冊子編寫工作的有：朱維熊、劉震球、孫玉良、錢湛芬等同志，書中如有不當之處，請讀者指正。

鋼鐵研究院煤焦化學研究室

一、制 样

煤及焦炭都应采取代表性的样品，送到化验室进行化验。在送化验前需进行制样。一般送验样品数量应为60公斤。为简化运输往返的时间，可在现场破碎到13毫米以下，缩分到五公斤。

(一) 原煤场取样：应按煤的堆放情况从煤堆的四周前后左右及四个角用铁钎画成米字形，然后按各点位置依不同深度进行取样（图1），但总量不得超过60公斤。

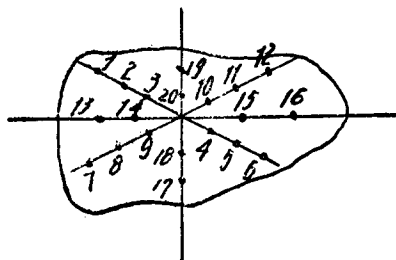


图 1 取样点

(二) 净煤取样：洗过的煤一般称为净煤，由于各地区洗煤方法有所不同，因而有的采用筐洗，有的采用流洗槽，也有些地区采用木制跳汰机等等。采用筐洗的地区，应以班为单元，按工人的多少以及洗出净煤的数量，在净煤堆旁按固定的相等时间内取样或按筐数取样，每班应取到50~60公斤。

如当地已设有流洗槽或木制跳汰机，则可按固定的相等

時間內取样，如系間洗煤，則可按每一段操作期間取样，例如計劃操作两小时，即可決定每 15 分鐘或每 30 分鐘取样一份，但总量仍需取 50~60 公斤。

(三) 焦炭取样：如当地区有連續性正常生产的焦爐，此时应按冶金部頒标准規程进行取样。本方法仅限于土窖焦試行方法。土窖焦多系大块，取代表性的焦样可在土窖中部、边部以及火道間的部位，分別进行采样，数量可取到 60~100 公斤。試样用手錘破碎到寸半块，縮分到 5 公斤，送至化驗室制样。

(四) 制样工具：鉄銑（图 2）一把、鉄乳鉢（图 3）一个、小鉄輾（图 4）一个、細籬（图 5）一个、鉄平錘一个。

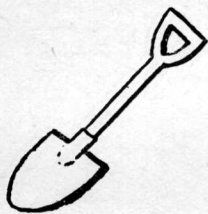


图 2 鉄銑



图 3 鉄乳鉢

將送來化驗的煤或焦炭样品首先用平錘破碎到黃豆粒大小就可进行縮分。縮分的方法可采用对角縮分。逐次縮分到四两左右，放在鉄乳鉢中砸成細粉。然后全部过細籬，籬上煤或焦粉仍倒回鉄乳鉢中再行砸碎或放在鉄輾上軋細，使煤或焦粉全部能篩下去，制好的样品置于小瓶中（或小飯碗中）。瓶（碗）需盖上海，瓶（碗）边应貼上标签，写明采取

日期、制样日期、班别、制样人姓名等字样。

对角缩分方法，如图6所示，将试样60公斤，用平锤砸碎，堆成圆锥形，顶部用铁锹按平，并用锹柄按一十字，将对

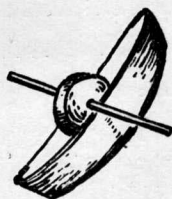


图4 小铁碾



图5 细筛

角繪斜綫处抛去，然后将剩余的一半再堆成錐形，按平，用锹柄按一十字，同样将对角一半抛去。为使试样混合均匀，应掺合三次，缩分一次，直至缩分到四两（約150~200克）为止。

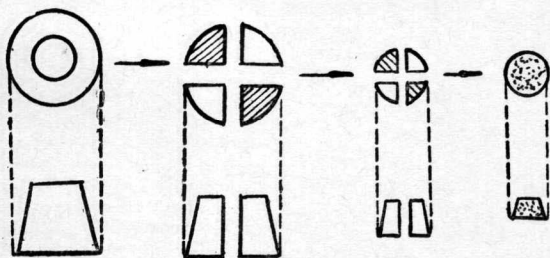


图6 縮分法

净煤样品一般含水量都大，为使其快速脱水，可以将煤放在阳光下晒干，也可放在爐边烘干，但需常常搅动或翻

动。看到水汽不再冒出后立即取下，否則将影响煤的質量。

篩試样所使用的籬，其籬孔愈細愈好，为防止籬底破損，下面可用鉄絲或鉄网兜上，煤或焦粉的細度，約比一般食用面粉細度略粗一些。

由于破碎試样前后使用好几种鑄鉄工具；焦炭硬度較大，故在制样过程中混入一部分鉄粉，因此制好的样品应用磁石将鉄粉吹除，否則将增加灰份含量。

二、煤和焦炭的分析方法

(一) 設備和用具 (图 7)

- ① 小秤一个。
- ② 小戥子一个。

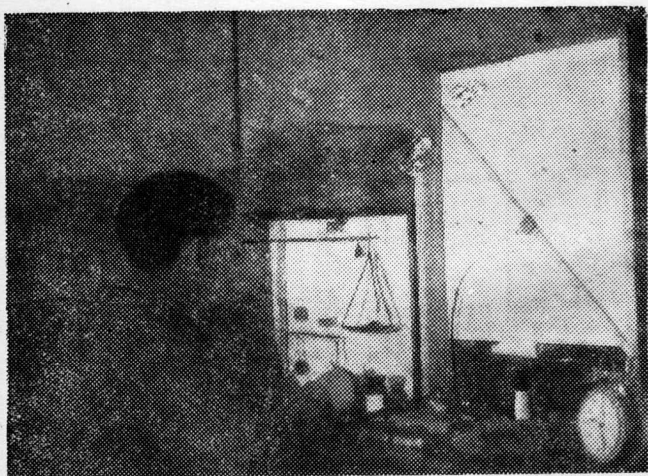


图 7 土用具

③ 測定水份用的小鉄盘十个，直径100毫米、厚0.5毫米、高10~15毫米。

④ 測定揮发份用的磁酒杯十个（附盖），高50毫米、上部直径30毫米。

⑤ 未蘸墨新毛笔两支。

⑥ 銅杓（洋磁勺或磁勺）两个。

⑦ 弹簧式天平一台（感量0.01克）（图18）。

⑧ 小型带柄沙鍋六个，直径100毫米，高40毫米（或用三寸磁碟烧过后代用）。

⑨ 鉄叉子一个（用14#鉛絲扭成，如图8），叉口依做揮发份磁酒杯平均外径决定。其他尺寸如图8所示。

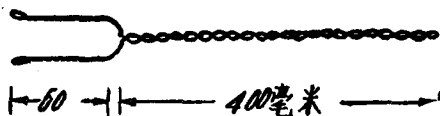


图 8 鉄叉子

⑩ 鉄夹鉗一把（图9）。

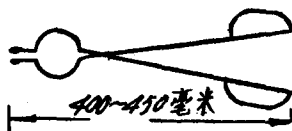


图 9 鉄夹鉗

⑪ 土馬弗爐（图10、11）一个。

該式土馬弗爐全部用紅砖砌成，約300余块砖，用它可
以測定煤、焦中的水份、揮发份、灰份和定硫以及制造蒸餾

水等。爐膛用一小缸罐（或砂鍋）作成，溫度控制可用紅磚封進风口或烟道閘板來實現，溫度不宜過高，一般以呈橙紅色（約 900°C 左右）為適合，過高時，爐磚或爐缸即將損毀。用調節閘板的方法可以穩定地控制爐溫，使其保持 800 或 850°C ，因此測定灰份、揮發份及硫黃均可使用。土馬弗爐的左側距燃燒室相隔一磚，裝一 $230 \times 230 \times 230$ 毫米左右的鐵筒一只，均砌在爐內。烟道從上部跨過，利用五面的廢熱，保持鐵筒空間的溫度。用箱前的堵磚控制散熱面積大小，保持控制在 105°C 左右。爐的右側設有木製風機一個，原動力可利用自行車帶動或手搖，也可用風箱鼓風。在加煤後約鼓風 20 分鐘左右即可保溫。馬弗爐的燃料可用烟煤，如火力不足可適當加些焦炭。每 $2 \sim 3$ 小時可加煤 $15 \sim 20$ 斤。

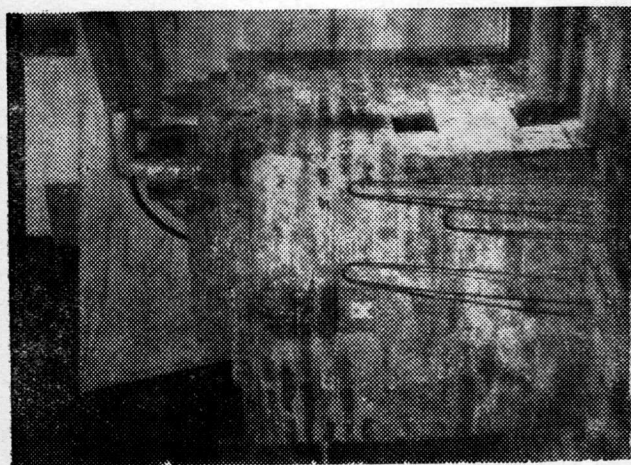


圖 10 土馬弗爐照片

土馬弗爐的右后上側，在砌燃燒室時留一 60×60 毫米火口（子火）一個，上接蒸餾水的蒸餾釜，烟道通過釜的中心，釜的上口接一曲頸鐵管，接連蛇形管冷卻器。冷卻槽利用木箱作成，箱的兩側設有進水口，對側上方設有出水口，從蛇形管冷卻下來的水即為蒸餾水。

土馬弗爐的前部表面砌有方池，內置細砂，以備定硫時用作硫酸鋇沉淀的保溫槽。

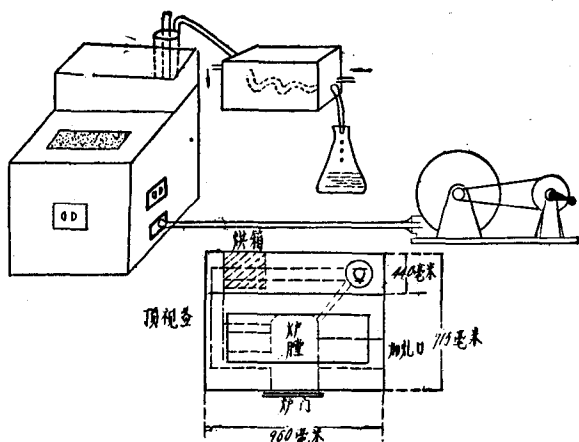


图 11 土馬弗爐構造图

（二）操作方法

1. 水份的化驗方法

（1）設備及用具：

- ① 鐵夾鉗一把；
- ② 化驗水份用鐵盤；
- ③ 小杓一把；

- ④ 馬蹄表一只；
- ⑤ 小戥子一个；
- ⑥ 200°C 溫度計一只。

(2) 方法：

先将化驗水份用的小鉄盘用麻布擦淨，再用戥子称出煤或焦样25克（半兩），倒于鉄盘中。手拿盘边輕輕搖勻。盘边用小釘打成标记，将每个試样称好并記下試样名称（或編号）及小盘标记。用鉄夹鉗鉗住盘边放在烘箱內并記下放入時間，保持100~120°C，烘两小时取出試样。最后将煤或焦粉倒入戥子盘上称量，并記下重量。

(3) 計算：

$$\text{水份}\% = \frac{\text{烘后失重}}{\text{試样重}} \times 100。$$

每个試样应化驗两次，取其平均百分数填表报出，其誤差应 $<1\%$ ，如超差，則应重复驗一次，取其相近数据平均值报出。

2. 揮发份的化驗方法

(1) 設備及用具：

- ① 鉄叉子一个；
- ② 磁酒杯数个（个数根据工作量而定，尺寸如前所述），杯上配有磁盖或用陶土盖。
- ③ 鉄架两个（图12），每个孔的大小依酒杯中部直径而定，适合用12~14#鉄絲編成。

- ④ 馬蹄表一只。

(2) 操作方法：

在戥子上称出煤一錢（5克）或焦样五錢（25克）試样

倒入磁酒杯中，蓋上磁蓋（或陶土蓋，將爐加溫升至橙紅色。如單試樣進行試驗，用鐵叉將酒杯輕輕托起，放入土馬弗爐中，关上爐門並記錄時間，煤需灼燒25分鐘，焦需15分鐘，然後打開爐門用鐵叉取出試樣，放在爐台上冷到室溫將燒杯內



圖 12 鐵架

部殘留物（半焦、煤粉或焦粉）倒入戥子盤內並記下重量。如同時進行雙試驗，可參考附圖自行製造鐵架，將所化驗試樣依次連同酒杯放入架上，用鐵鉗夾住提梁放入爐中（操作同前）。

（3）計算：

$$\text{揮發份}\% = \frac{\text{試樣重} - \text{烘後重}}{\text{試樣重}} \times 100 - \text{水份}\%$$

允許誤差：<25%

誤差 1%；

>25%

“ 2%。

（4）說明：

當揮發份的樣品稱量後，如酒杯中煤粉已結成塊（半焦），則為粘結性的煤，可以煉焦。

一般都把半焦分為三類：

第一類：（酒杯中所結成的）半焦從外觀體積上看，比原放入煤的體積略大，外觀顏色呈銀灰色，用手指輕按不碎，重按則局部破碎，破碎處並有海棉狀的蜂巢，此類煤可以單獨煤煉焦，但所煉出焦炭蜂焦較多。

第二类：結成堅固的半焦，體積收縮，外觀呈銀灰色，用手指按不碎，可稱為結焦性良好的煤種。

第三類：倒出的半焦成型，但顏色暗黑，用手指一觸即變成粉狀，說明該類煤結焦性很差。

化驗煤的揮發份對煤種的判定及煤的質量也是一個鑑定（無煙煤或焦粉的揮發份測定不會結成半焦）。

適合於煉焦用煤的揮發份大都在20~30%左右，焦炭的揮發份多在0.5~1.5%，土焦在2~3%，高於此範圍說明焦炭未熟透，若低於此範圍則說明焦炭已過火。遇到此種情況應通知土窯操作人員防止過燒或不足現象，以免浪費。

3. 灰份的化驗方法

（1）設備及用具：

- ① 帶柄小砂盆（或以鐵盤或磁碟代替）；
- ② 鐵鉗一把；
- ③ 小杓一把；
- ④ 戥子一個。

（2）操作方法：

先將砂盆擦淨備用，用戥子稱出兩錢（10克）煤樣或焦炭，倒入砂盆中，用手拿起砂盆輕輕將內部試樣搖勻鋪平，慢慢將砂盆推入土馬弗爐中將爐門關好，保持爐溫呈橙紅色（800~850℃）達2~3小時，然後取出，用細鐵絲輕輕攪動，檢查上下顏色是否一致，有無黑色顆粒。如發現黑粒，應再行灼燒半小時，直至檢查無黑粒為止。將小砂盆依次取出放冷，將內部殘余倒入戥子盤上稱出並記下重量。

（3）計算：

$$\text{灰份}\% = \frac{\text{灼烧后残余物重}}{\text{试样重}} \times 100。$$

允許誤差 1 %。

4. 硫黃的化驗方法

(1) 設備及用具：

- ① 土馬弗爐一台；
- ② 竹筷一把（十双）；
- ③ 磁酒杯十个；
- ④ 磁水杯十个（高100毫米、上口直径60毫米左右）；
- ⑤ 砂鍋一个（煮沸蒸餾水用）；
- ⑥ 小茶壺两把；
- ⑦ 漏斗两个到十个（根据需要），直径60毫米；
- ⑧ 眼藥瓶一个（內盛甲基橙指示剂液）；
- ⑨ 鉄鉗一把；
- ⑩ 毛笔两支；
- ⑪ 軟布一块；
- ⑫ 滤紙一盒（可用东昌紙或糊窗紙代用）；
- ⑬ 盐酸（1：1），在定量蒸餾水中加一倍盐酸搖勻使

用；

- ⑭ 氯化鋇溶液10%，該項藥品需使用化学純；
- ⑮ 炭酸鈉，配出10%溶液用淨玻璃瓶存放备用；
- ⑯ 氧化鎂（工业純）；
- ⑰ 艾氏混合剂，用一份炭酸鈉与两份氧化鎂在紙上充分混合，其中大顆粒应用輾輾碎过籬充分混勻备用。

(2) 操作方法：

取煤样或焦样在弹簧天平称出一克，倒在磁酒杯中，再

称出 2 克艾氏混合剂也倒入酒杯中，用細金屬絲搅拌均匀，表面再盖上一层艾氏混合剂，放入土馬弗爐中，从低溫烧到橙紅色保持 1.5~2.0 小时，打开爐門，用烧热后的鉄夹将磁酒杯取出，放冷，并把熔融物倒入茶杯中，加入四酒杯煮沸后的蒸餾水（100C.C 左右），再用蒸餾水洗几次酒杯，洗液合併倒入茶杯中，待茶杯中的溶液已澄清，用傾瀉法进行過濾，残渣經数次用蒸餾水冲洗后拋去。往溶液中滴入几滴甲基橙指示剂液，加 1 : 1 盐酸使溶液呈粉紅色为度。将茶杯依編号次序移置土馬弗爐上部保温沙浴槽中，待溫度上升用手触及杯面，已燙手时加入 10% 热氯化鋇溶液約一酒杯。为防止尘沙落入杯上应盖好保温两小时，然后取下将滤紙剪好迭好放入漏斗中，一般使用三层。另外将紙煮成紙浆从漏斗上倒入，然后将杯中溶液进行过滤，用竹筷引导水滴徐徐流入漏斗中。待滤完后，用蒸餾水从小壺中徐徐倒出冲洗約需十次以上。将杯中沉淀全部洗淨，經多次洗滌沉淀中残余氟根也被洗去，最后将滤紙及沉淀取下折迭包起，干燥后放在酒杯中，然后再放入土馬弗爐中烧到爐膛呈橙紅色，保持一小时取出冷到室溫。用毛笔将沉淀灰扫到天平盘上称出重量并依下式进行計算。

(3) 計算:

$$\text{硫黃 \%} = \frac{\text{硫酸鋇重量} \times 0.1373 \times 100}{\text{試样重量}}$$

在試驗同时应进行空白試驗，空白試驗中所生成的硫酸鋇是各类葯品及滤紙中的含硫量，在称出硫酸鋇重量中減去該部份再行計算。

5. 无烟煤（白煤）热穩定性及机械强度試驗。