

煤化学及 工艺学实验

黄瀛华 王曾辉 杭月珍 编



华东化工学院出版社

81.10.1
539.

煤化学及工艺学实验

黄瀛华 王曾辉 杭月珍 编

华东化工学院出版社

前 言

煤炭是我国的主要能源，随着我国煤炭产量大幅度增长，煤的各种转化工艺和综合利用的研究开发日益发展，对煤炭的正确评价和有效利用显得愈来愈重要。为了适应这种需要，我们在原编的《煤化工专业实验》、《煤化工选修实验》两本教材的基础上，结合多年来教学改革的实践经验编写这本书。

本书共分五章，即误差及数据处理、煤化学实验、煤的焦化工艺实验、煤的气化及燃烧工艺实验、综合实验等，其内容除煤的基本性质分析、焦化、气化及燃烧工艺等主要指标外，还增加了我院多年来在煤的气化、液化、煤的综合利用等科学研究基础上总结出来的综合性实验，如加压下煤焦反应活性测定、添加催化剂的煤焦反应活性测定、煤的加氢反应及其产物的分析，煤在转化中获得化工产品与性质鉴定等内容，以及介绍了部分国内外最新的仪器和测试方法。

本书是煤化工专业实验教材，目的是通过实验，加强学生智能和实验技能的培养、增强其获取知识、运用知识和分析工程实际的能力。此外，为培养学生处理实验数据和综合分析的能力，书中对实验记录和结果处理提出了基本要求，设计了部分实验的规范化数据记录格式作为示范，希望学生通过预习，自己考虑在实验中应当记录哪些数据和现象，设计出合适的记录表格。还对每个实验提出了思考题，供学生实验结束时讨论的参考。

为贯彻因材施教的精神，使用本书时可以根据需要从中选择部分内容，组合为煤化工基础实验、选修实验、系列实验或综合实验等多种层次的教学实验。

本书内容有一半以上参照了我国煤炭试验方法的国家标准和部颁标准，根据煤质分析中有些项目规范性很强、对操作步骤和分析条件有严格的要求，为此本书对标准的基本原理及制订依据作了必要的说明，从而培养学生对国家标准的理解和提高学生执行国家标准的自觉性。

本书还可作为煤质分析和研究的工具书。也可供化工、冶金、电力、地质、建筑等设计、研究、化验等部门作为参考书。

本书第一章、实验1~6、实验8~10、实验14、实验15、实验17~21以及实验50由王曾辉编写。实验7、实验11~13、实验27、实验32、实验35~44以及实验49由杭月珍编写。前言、实验16、实验22~26、实验28~31、实验33、实验34以及实验45~48，由黄瀛华编写。本书的完成是许多同志热情支持和帮助的结果，林治穆、吴元民、沙兴中、潘英刚等同志分别协助编写实验12、实验16、实验47、实验48，曹建勤和徐云娟分别协助编写了实验3和实验4的附录，以及实验5的附录2，我们在此一并表示衷心的感谢。

全书由王曾辉统稿，经编写者修改，最后由黄瀛华阅改定稿。本书由煤炭工业部北京煤炭科学研究院煤化学研究所所长戴和武教授审稿，提出了许多宝贵意见。

由于时间匆促，限于我们的水平，书中不当之处恳请读者批评指正。

编 者

目 录

第一章 误差及数据处理	(1)
第二章 煤化学实验	(7)
I 基础实验	(7)
实验一 煤中水分的测定	(7)
附: 煤中全水分的测定方法	(10)
实验二 煤中灰分的测定	(12)
实验三 煤的挥发分产率的测定及固定碳的计算	(15)
附: MAC-400型煤或焦炭中水分、挥发分、固定碳和灰分测定仪	(19)
实验四 煤中碳、氢含量的测定	(20)
附: CHN-600型煤或焦炭中碳、氢、氮测定仪	(29)
实验五 高温燃烧中和法测定煤中全硫含量	(31)
附1: 重量法(艾氏卡法)测定煤中硫含量	(35)
附2: 电量法测定煤的全硫量	(37)
实验六 煤中氮含量的测定	(40)
实验七 煤炭发热量的测定	(44)
实验八 煤中腐植酸产率的测定(容量法)	(51)
附1: 煤中腐植酸产率的测定(重量法)	(55)
附2: 煤中腐植酸产率的快速测定法(比色法)	(56)
实验九 腐植酸中总酸性基、羧基、酚羟基的测定	(57)
II 选修实验	(59)
实验十 煤样的洗选和各种化验用煤样的制备与保存	(59)
实验十一 煤的最高内在水分的测定	(63)
实验十二 煤的岩相组成成分分析	(67)
实验十三 煤的润湿热的测定	(72)
实验十四 煤中碳酸盐的二氧化碳含量的测定	(75)
实验十五 褐煤中苯萃取物产率的测定(三角瓶萃取器法)	(78)
附: 脂肪抽出器法	(80)
实验十六 煤的介电常数的测定	(81)
附: 介电常数测定的实验准备	(82)
实验十七 腐植酸的光密度比值 E_4/E_6 的测定	(84)
实验十八 腐植酸的凝聚限度的测定	(85)
实验十九 腐植酸钠溶液的表面张力及分子量的测定	(87)
实验二十 腐植酸物质的表面电性质的测定	(90)
实验二十一 年轻煤的透光率的测定	(93)
实验二十二 煤中矿物质的测定	(97)

实验二十三	煤的可磨性指数的测定	(99)
附:	校准图的绘制	(102)
第三章	煤的焦化工序实验	(104)
I	基础实验	(104)
实验二十四	烟煤的坩埚膨胀序数的测定	(104)
实验二十五	烟煤粘结指数的测定	(107)
实验二十六	烟煤奥亚膨胀计试验	(110)
实验二十七	烟煤胶质层指数的测定	(119)
实验二十八	煤焦油中蒽、菲、咔唑的分析(气相色谱法)	(128)
II	选修实验	(133)
实验二十九	纯苯馏程的测定	(133)
实验三十	精馏塔理论塔板数的测定	(138)
实验三十一	煤焦油中甲酚异构体的色谱分析	(144)
实验三十二	液固吸附色谱法分离油品中饱和烃、芳香烃和胶质含量	(147)
实验三十三	烟煤罗加指数的测定	(150)
实验三十四	煤的基氏可塑性的测定	(152)
实验三十五	煤的葛金低温干馏试验	(160)
第四章	煤的气化及燃烧工艺学实验	(168)
I	基础实验	(168)
实验三十六	煤、焦对二氧化碳化学反应性的测定	(168)
实验三十七	煤灰熔融性的测定	(173)
实验三十八	煤气热值的测定	(176)
实验三十九	煤气成份的测定(化学吸收法)	(180)
实验四十	煤气成份分析(气相色谱法)	(185)
II	选修实验	(191)
实验四十一	煤炭结渣性的测定	(191)
实验四十二	煤灰中钾、钠、铁、钙、镁、锰的测定(原子吸收分光光度法)	(194)
附:	GGX-I型原子吸收分光光度计的操作步骤及注意事项	(198)
实验四十三	煤灰中硅、铝、钛的测定(化学法)	(199)
实验四十四	煤灰粘度的测定	(204)
实验四十五	煤及煤焦的比表面积的测定(色谱法)	(209)
实验四十六	煤的着火点的测定	(218)
第五章	综合实验	(221)
实验四十七	加压下煤(焦)反应活性的测定	(221)
实验四十八	添加催化剂的煤(焦)反应活性的测定	(224)
实验四十九	煤的加氢反应及其产物分析	(229)
实验五十	腐植酸对金属离子的吸附试验	(244)

附 录

一、国际原子量表(1975年)	(249)
二、中国筛、美国筛与泰勒筛的比较	(251)
三、我国不同牌号煤的主要煤质指标的一般范围	(252)
四、中国煤炭分类(摘自国家标准 GB5751—86)	(253)
五、煤质分析试验方法一般规定 (GB483—87, 1988年7月7日实施)	(257)
参考文献	(264)

第一章 误差及数据处理

一、误差的基本概念

在实验中，一方面要通过正确的实验操作获得直接测量的数据，另一方面要求将所得的数据经过适当的整理归纳，以求得被研究变量间的客观规律。这两方面的工作都必须有正确的误差概念。

1. 误差的分类、来源及消除方法

一般测量误差分系统误差、偶然误差和过失误差三种。

(1) 系统误差，又称恒定误差。它是由于某种特殊原因所造成的误差。这种误差使实验结果永远朝一个方向偏离，它使所测结果不是全部偏高就是全部偏低。引起系统误差的原因主要有：

1) 实验方法本身的缺点：如用容量法测定煤的腐植酸含量时，对各种不同的风化煤都用相同的碳比值，显然使某些风化煤的结果偏高或偏低。

2) 仪器本身的缺点：如天平砝码不准、仪器刻度不准等。

3) 试剂纯度不高：如定硫时所用石英砂本身含有少量的硫。

4) 实验者本人的习惯：如有人读数时头总偏向一边；又如各人判断滴定终点颜色的不同。

系统误差决定了实验的准确度，它们不能通过增加实验次数来消除，但通常可以通过以下方法来减少或消除系统误差：改进实验方法，提高仪器的精度，选用高纯度的试剂。此外，可通过空白试验来消除系统误差。

(2) 偶然误差。由一些来源不十分清楚的偶然因素造成的误差，它可大可小、可正可负，作不规则的变化，因此无法控制和校正。造成偶然误差的主要原因有：

1) 实验者感官灵敏度的限制或操作技巧不熟练，致使对仪器最小分度值以下数值估计不准。

2) 仪器准确度的限制。

3) 不能预料的其它因素。

由于偶然误差一般服从正态分布规律，所以可采取多次测定，取其平均值的方法来消除，测定次数越多，平均值越接近于“真值”。

(3) 过失误差。是一种明显与事实不符的误差，它是由于实验者粗心，不正确的操作或仪器和实验条件突变所引起的。这种误差只要多加警惕、细心操作是可以避免的。

2. 准确度与精确度

准确度是表示实验值与真值接近的程度。

精确度表示各实验值相互接近的程度以及有效数字位数。精确度高表示重现性好。在有系统误差存在条件下，一个实验中，精确度高，准确度不一定很好；相反，准确度好，精确度一定高。因此，只有在消除系统误差，尽量减少偶然误差的情况下才能获得较高的准确度。

3. 绝对误差与相对误差

绝对误差表示实验值与真值之差。

相对误差表示绝对误差在真值中所占百分数。

它们分别用下列两式表示：

绝对误差 = 测量值 - 真值，

$$\text{相对误差} = \frac{\text{绝对误差}}{\text{真值}} \times 100\%。$$

必须指出，真值一般是以手册中公认值或多次测量的算术平均值来代替的。

绝对误差表示的单位与被测量的单位相同，而相对误差是无因次的，因此不同物理量的相对误差是可以相互比较的。另外，绝对误差与被测量值的大小无关，而相对误差与被测量值的大小及绝对误差数值都有关系。因此，在比较各种测量的精度或评定测量结果的准确度时，采用相对误差更为方便。

4. 误差的表示

(1) 算术平均误差。这是一种表示误差的较好方法，其定义为：

$$\delta = \frac{\sum |d_i|}{n} \quad i=1, 2, 3, \dots, n \quad (1)$$

式中： n 为测定次数； d_i 为测定值与平均值的偏差。

算术平均误差的缺点是不能表示各次测量间彼此符合的情况。

(2) 标准误差。标准误差又称均方根误差，其定义为：

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum d_i^2}{n}} \quad (2)$$

在测量次数不多时，标准误差可用下式表示：

$$\sigma = \sqrt{\frac{\sum d_i^2}{n-1}}$$

标准误差是表示精确度的较好方法，因为单次测量的误差经平方后，较大的误差能更显著地反映出来，就更能说明数据分散的程度。

(3) 或然误差。或然误差 γ 的定义为：

在一组测量中若不计正负号，误差大于 γ 的值与误差小于 γ 的测量值将各占测量次数的 50%，即误差落在 $+\gamma$ 和 $-\gamma$ 间的测量次数占总测定次数的一半。或然误差可用下式表示：

$$\gamma = 0.675 \sqrt{\frac{\sum d_i^2}{n-1}} = 0.675 \sigma。 \quad (3)$$

二、数据处理

1. 有效数字与计算法则

实验中用几位数字表示测量值需有一定的科学依据。由于仪器精度的限制，测量值只能达到一定的准确度。一般记录测量值时，都是把仪器所能读出的数值记下来再加一位估计值。例如使用最小刻度为 0.1ml 的滴定管，其刻度可以正确地读到小数点后面一位，而小数点后面第二位则是估计的，如 18.25 表示小数点后面第二位的“5”是估计的，有的人可以读为 18.24，也可以读为 18.26，但不能读为 18.250，因为在最小刻度之间没有能力估计出二

位数字，我们称 18.25 具有四位有效数字。

确定有效数字时，关于数字“0”需特别注意，它可以是有效数字，也可以不是有效数字，如滴定管读数为 26.04 和天平称量为 1.030g 中，所有 0 都是有效数字，而在长度 0.00120m 中的前面三个 0 并非有效数字，仅指示小数点位置，因为这三个 0 只与所取单位有关而与测量的精度无关。若改用 mm 为单位，则前面三个 0 消失，变为 1.20mm，故有效数字为三位。凡是以 0 结尾的整数如 2600cm 中的 0 很难确定是有效数字或非有效数字，此时最好用指数表示，2600cm 写为 $2.6 \times 10^3 \text{cm}$ 则有效数字为二位，若写为 $2.60 \times 10^3 \text{cm}$ 则有效数字为三位（有效数字位数和仪器精度有关）。

最后再列举长度测量为例，说明有效数字位数。

(a) 123cm (b) 12.3cm (c) 12.30cm (d) 0.00123km (e) 12300cm

测量(a)、(b)和(d)有效数字位数均为 3，测量(c)的有效数字位数为 4。(e)若记为 $1.230 \times 10^4 \text{cm}$ ，则有效数字位数也为 4。

有效数字计算法则如下：

(1) 当有效数字位数确定后，其余数字一律按四舍五入弃去。但等于“5”时，如前一位数字为奇数则进 1，如前一位数为偶数则弃去不计。如对 1.765 和 1.775 取三位有效数字时，则分别为 1.76 和 1.78。

(2) 计算有效数字位数时，若第一位有效数字等于或大于 8 时，则有效数字可多计一位，如 8.25 实际上为三位有效数字，但计算中可多计一位，作四位有效数字计算。

(3) 在加减法计算中，各数所保留的小数点后的位数应与各数中小数点后位数最少的相同。如将 2.60、0.0076、17.876 三数相加时，应写为

$$2.60 + 0.01 + 17.88 = 20.49。$$

(4) 在乘法中，各因子保留的位数，以百分误差最大或有效数字位数最小的为标准，所得积或商的精确度，不应大于精确度最小的那个因子。如 $\frac{1.578 \times 0.0182}{81}$ 中，81 的有效数字位数最少，但由于首位数为 8 故可作三位有效数字计算，故上式变成 $\frac{1.58 \times 0.0182}{81} = 3.55 \times 10^{-4}$ 最后结果也只保留三位有效数字。

(5) 计算中常数如 π 、 e 及乘子 $\sqrt{2}$ ， $1/2$ 和一些取自手册的常数可按需要取有效数字，即在计算中需要几位就可写几位。

(6) 在对数计算中，所取对数位数应与真数位数相等。

(7) 计算平均值时，如参加平均的数值在四个以上，则平均值的有效数字位数可多取一位。

2. 可疑观察值的舍弃

在实验过程中经常会发现某些数据很分散，如果保留下来，则计算出来的误差将很大，初学者常常倾向舍弃这些数据。这种任意舍弃数据的做法是十分不科学的。实验过程中，除了能充分说明它是由过失误差造成的，如实验样品被沾污或溅失，称量时砝码加减有错误等，才能舍弃某些数据。如果没有充分的理由，则只有根据误差理论来决定数据的取舍才是正确的。

常用的可疑观察值的舍弃规则如下：

(1) 肖文奈 (Chauvenet) 定则

当 n 个观察值中某一观察值与包括这一观察值在内的平均值的偏差大于某一限度 (d/σ) 时, 这个观察值应舍弃。这一限度列于表1。

表 1 尚文奈数据舍弃标准

n	d/σ	n	d/σ	n	d/σ	n	d/σ
5	1.68	10	1.96	20	2.24	40	2.50
6	1.73	12	2.03	22	2.28	50	2.58
7	1.79	14	2.10	24	2.31	100	2.80
8	1.86	16	2.16	26	2.35	200	3.02
9	1.92	18	2.20	30	2.39	500	3.29

在表 1 中: n ——观察值数目;
 d ——观察值与平均值偏差;
 σ ——由 n 个观察值算出的标准误差。

具体计算步骤如下:

1) 算出平均值 a 和各观察值与平均值的偏差 d_i 。

2) 算出标准误差 σ 。

3) 计算某观察值与 σ 的比值 $\frac{d_i}{\sigma}$, 若上述 $\frac{d_i}{\sigma}$ 值大于表中规定的 $\frac{d}{\sigma}$, 则此数据应该舍弃。

下面举例说明之。

表 2 某一煤样中硫含量的测定结果

序 号	S %	d_i	d_i^2
1	1.52	0.044	0.001936
2	1.46	0.104	0.010876
3	1.61	0.046	0.002116
4	1.54	0.024	0.000576
5	1.55	0.014	0.000196
6	1.49	0.074	0.005476
7	1.68	0.116	0.013456
8	1.46	0.104	0.010816
9	1.83	0.266	0.070756
10	1.50	0.064	0.004096
	$\Sigma S = 15.64$	$\Sigma d_i = 0.856$	$\Sigma d_i^2 = 0.1204$

$$\text{平均值 } a = \frac{\Sigma S}{n} = \frac{15.64}{10} = 1.56,$$

$$\text{算术误差 } \delta = \frac{\Sigma d_i}{n} = \frac{0.856}{10} = 0.0856,$$

$$\text{标准误差 } \sigma = \sqrt{\frac{\Sigma d_i^2}{n-1}} = \sqrt{\frac{0.1204}{9}} = 0.116,$$

$$\text{第九个数据 } \frac{d_9}{\sigma} = \frac{0.266}{0.116} = 2.29。$$

由表1查得 $n=10$ 时, 舍弃标准 $d/\sigma=1.96$ 。

因 $2.29 > 1.96$, 所以第9个数据可舍弃。

(2) H. M. Goodwin 提出一个简单的判断法, 即略去可疑值, 计算其余各观察值的平均值 a 和算术平均误差 δ , 然后算出可疑值与平均值的偏差 d 。

若 $d \geq 4\delta$ 则此可疑数据可舍弃。

如上例(表2), 除第9号可疑数据外, 其余各项算术平均值 $a=1.534$ 及 $\delta=0.054$,

$$d_9 = 1.83 - 1.534 = 0.296,$$

$$4\delta = 0.054 \times 4 = 0.216,$$

因 $d_9 > 4\delta$, 故第9号数据可舍去。

3. 数据的表示方法

实验结果的表示方法主要有三种: 列表法、图解法和数学方程法。

(1) 列表法。

用列表法表示实验结果的优点是简单明了, 形式紧凑, 便于进一步运算及处理。所有测定中至少包含两个变量——自变量和因变量。列表法就是把自变量和因变量的各个数值以一定形式和顺序——对应列表。

列表时, 应注意以下一些事项:

- 1) 每一个表格应有简单扼要的名称, 一看即可知其内容。
- 2) 项目应包括名称及单位。表内的主项代表自变量, 副项代表因变量。如煤灰粘度测定时, 自变量为温度, 因变量为煤灰粘度。自变量应按递增或递减的顺序排列。
- 3) 测定值的有效数字应根据实验精确度而定, 位数和小数点对齐。

(2) 图解法。

用图解法表示实验结果具有以下优点: 简明、直观, 便于比较, 容易看出数据中的最高点、最低点、转折点、周期性、变化速率和趋势。另外, 还可以根据曲线对变量微分或积分及求出外推值。

根据数据作图, 一般包括以下步骤:

- 1) 选择适当的图纸。根据变量间的规律选择直角坐标、对数坐标或其他坐标图纸。坐标线要均匀正确, 疏密要适当。习惯上横坐标为自变量, 纵坐标为因变量。
- 2) 分度的选择。应使每一点在坐标纸上都能迅速方便地找到, 坐标分度值不一定自零起, 而可以略低于最小测量单位的某一整数为起点, 高于最大值的某一整数为终点, 使所得图形能占满全坐标纸。另外, 坐标的分度应该使曲线所得斜率接近于1。
- 3) 画坐标轴。确定分度值后画出坐标轴, 在轴旁注明该轴代表的变量名称、单位, 并

在坐标轴上以一定的间隔标上变量数值。

4) 根据数据描点。若同一图纸上要表示不同数据时, 则应用不同的符号描点, 以示区别, 但图上的符号要加以说明。

5) 根据各点作曲线。用曲线板或曲线尺将各点连成光滑的曲线。曲线不必通过图上各点和两端的任一点, 但应尽量与所有点接近。曲线两侧的点数应近于相等。

6) 写图的名称。图名要简单明了地反映图所代表的意义。

(3) 数学方程表示法。

实验数据用数学方程式表示不但表达方式简单, 记录方便, 而且便于进一步计算(如微分、积分及内插值)。

建立数学方程式步骤如下:

- 1) 对实验数据加以整理和校正。
- 2) 按自变量与因变量的数据作图。
- 3) 根据曲线的形式, 运用解析几何的知识判断曲线的类型。
- 4) 确定方程式的形式。
- 5) 用图解法或算法求出方程式中的常数。

第二章 煤化学实验

本章内容有煤的工业分析、元素分析、煤炭发热量测定、煤的岩相分析以及其他物理性质测定，还有煤中腐植酸的各种性质和质量鉴定等共 23 项。

煤的工业分析包括煤的水分、灰分、挥发分产率和固定碳含量四项指标。其中水分又可分为全水分、最高内在水分和分析水分。而固定碳含量通常是用差余法计算。

煤的工业分析、元素分析，煤炭发热量测定是煤质分析中最基本的项目，它可初步判断煤质的好坏，是评价煤质和判断煤炭加工利用的最基础的分析数据。

I 基础实验

实验一 煤中水分的测定

一、实验目的

了解煤中水分存在的形态，掌握分析煤样水分的测定方法。

二、基本原理

煤中水分的结合状态有二种：一种为游离水，是以机械的方式吸附或者附着在煤上的水分。另一种为化合水，是以化合的方式与煤中矿物质结合的水，也就是无机化合物的结晶水。游离水以它存在于煤的不同结构的状态，又可分为外在水分和内在水分。前者是煤在开采、运输、贮存、洗煤时附着在煤粒表面及大毛细孔(直径大于 10^{-5}cm)中的水分。后者则是吸附或凝聚在煤粒内表面的毛细孔(直径小于 10^{-5}cm)中的水分。

游离水可以在温度稍高于 100°C 下，经足够时间的加热即可全部除去，而化合水则要温度在 200°C 以上才能分解析出。

在煤的工业分析中所测定的水分一般有应用煤样的全水分和分析煤样的水分两种。应用煤样指已准备好并即将使用(如进入锅炉燃烧或焦炉炼焦)的煤。分析煤样指在周围环境条件下大致达到水分平衡的风干煤样。

水分测定最常用的是间接测定法，即将已知一定质量的煤放在一定温度下进行干燥到恒重，煤样所减少的质量即为煤的水分。

分析煤样水分指样品在温度为 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 干燥至恒重所失去的质量占原质量的百分数。

三、仪器设备

(1) 干燥箱：带有自动调温装置，内附鼓风机能保持温度在 $105\sim 110^\circ\text{C}$ 。

(2) 干燥器：内装有变色硅胶或块状无水氯化钙干燥剂。

(3) 瓷皿或玻璃称量瓶，其主要尺寸分别如图 1、图 2 所示，瓷皿或玻璃称量瓶均附有密合的(磨口)盖。

(4) 分析天平：精确到0.0002g。

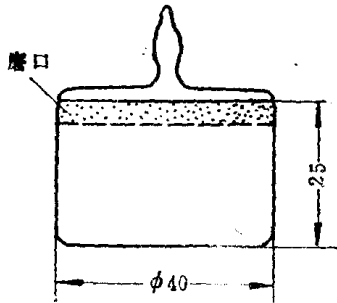


图 1 小型玻璃称量瓶

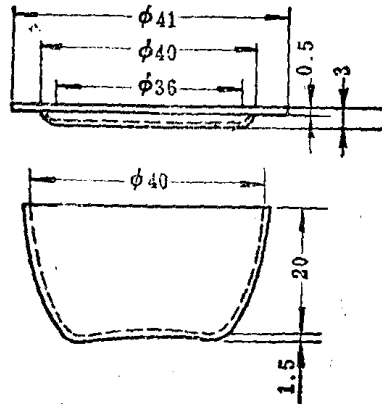


图 2 瓷皿

四、试验步骤

烟煤和无烟煤按以下试验方法进行。可分为常规测定法和快速测定法。

1. 常规测定法

用预先烘干并称出质量(称准到0.0002g)的带盖的玻璃称量瓶(或瓷皿)，称取粒度为0.2mm以下的分析试样 $1 \pm 0.1\text{g}$ (称准到0.0002g)。然后把盖开启，将玻璃称量瓶(或瓷皿)放入预先鼓风并加热到温度为 $105 \sim 110^\circ\text{C}$ 的干燥箱中，在不断鼓风条件下，烟煤干燥1h，无烟煤干燥1~1.5h，从干燥箱中取出称量瓶(或瓷皿)并加盖，在空气中冷却2~3min后，放入干燥器中冷却约20min到室温再称重。然后进行检查性干燥，每次30min，直到试样的质量变化小于0.001g或质量增加时为止。

在后一种情况下要采用增重前的质量为计算依据。水分在2%以下时不再进行检查性干燥。保留试样供测定灰分用。

2. 快速测定法

用预先烘干并已称出质量(称准到0.0002g)的带盖玻璃称量瓶称取粒度为0.2mm以下的分析试样 $1 \pm 0.1\text{g}$ (称准到0.0002g)。然后将盖开启，放入预先鼓风并加热到温度为 $150 \sim 160^\circ\text{C}$ 的烘箱内，在 $145 \pm 5^\circ\text{C}$ 的温度下一直鼓风并干燥10min，然后从干燥箱中取出称量瓶，立即将盖盖好，在空气中冷却2~3min，放入干燥器内冷却到室温(约20min)再称重。试样减轻的质量占试样原质量的百分数就是分析煤样的水分。

五、数据记录及结果计算

1. 数据记录

法测定煤中水分

称 量 瓶 重 (g)		
试 样 + 称 量 瓶 重 (g)		
煤 样 重 G (g)		
干燥后试样 + 称量瓶重(g)	第一次干燥	
	第二次干燥	
	第三次干燥	
测得煤中水分重 G_1 (g)		

2. 结果计算

$$W^t = \frac{G_1}{G} \times 100 \quad (4)$$

式中： W^t ——分析试样的水分，%； G_1 ——分析试样干燥后失去的质量，g； G ——分析试样质量，g。

测定值和报告值修约到小数后二位。

3. 煤中水分测定的允许差

水分 W^t (%)	同一化验室的允许差(%)
<5	0.20
5~10	0.30
>10	0.40

六、注意事项

(1) 快速测定法不适用仲裁分析。

(2) 为了使干燥箱的温度均匀和稳定，在放入煤样以前，干燥箱必须预先鼓风，并在鼓风条件下调节所需温度。

(3) 褐煤、自然氧化或风化烟煤中的水分测定：称取一定重的试样于温度为 $145 \pm 5^\circ\text{C}$ 的干燥箱内在一直鼓风条件下干燥 1 h，从干燥箱中取出称量瓶(或瓷皿)，立即盖好，在空气中冷却 2~3min 后，放入干燥器中冷却到室温(约 25min) 称重，其所失去的质量占试样原质量的百分数作为水分。

(4) 凡需根据水分测定结果进行校正和换算的分析试验，应和水分测定同时进行，如不能同时进行，两者测定也应在煤样水分不发生显著变化的期限(最多不超过 7 天)内进行。

七、思考题

- (1) 为什么不同变质程度的煤要用不同的测定条件？
- (2) 实验测得的水分与煤样的真实水分有什么差别？

附：煤中全水分的测定方法

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤的商品煤样，生产煤样和煤层煤样的全水分测定。全水分是指煤样在采取时所含水分的总量。

本标准规定测定煤中全水分的三种方法，其中方法A仅适用于烟煤和无烟煤并作为测定烟煤和无烟煤全水分的仲裁方法，而方法B和方法C适用于褐煤、烟煤和无烟煤，但以方法B作为测定褐煤全水分的仲裁方法。

方法要点：煤样在温度 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 或 $145\pm 5^{\circ}\text{C}$ 下干燥至恒重，以煤样的失重计算水分的百分含量。

一、仪器设备

(1) 干燥箱：内附鼓风机并带有自动调温装置，温度能保持在 $105\sim 110^{\circ}\text{C}$ 或 $145\pm 5^{\circ}\text{C}$ 范围内。

(2) 浅盘：由镀锌薄板或铝板等耐腐蚀又耐热的材料制成，其面积大约以 $0.8\text{g}/\text{cm}^2$ 煤样的比例容纳500g煤样。

(3) 托盘天平：精确到 0.1g 。

(4) 干燥器：内装干燥剂(变色硅胶或块状无水氯化钙)。

(5) 玻璃称量瓶：直径为 70mm ，高为 $35\sim 40\text{mm}$ ，并带有严密的磨口盖。

(6) 分析天平：精确到 1mg 。

二、全水分分析煤样的制备

(1) 测定全水分煤样既可由水分专用煤样制备，也可以在制备煤样过程中分取。

除使用一次就能缩分出测定全水分所需数量的煤样的缩分机外，煤样破碎到规定粒度，稍加混合，摊平后用九点法缩分，如图3所示。全水分煤样的制备要迅速。

对水分不大的煤样，可用破碎机一次破碎至小于 3mm ，缩分出 100g ，装入煤样瓶中封严(装样量不得超过煤样瓶容积的 $3/4$)，贴好标签再称毛重，速送化验室测定全水分。

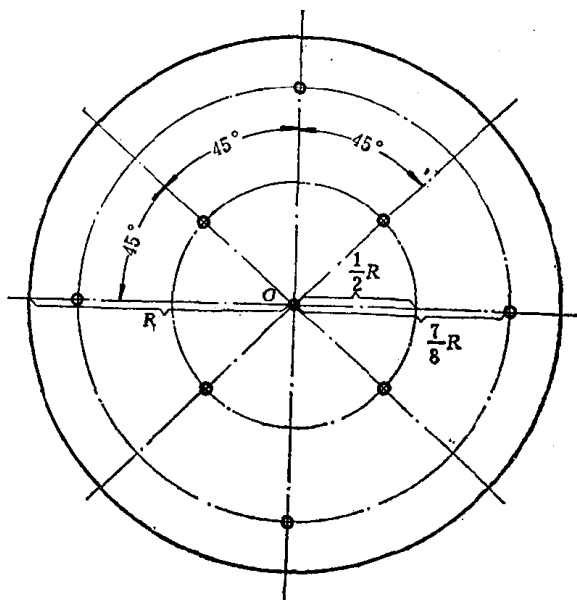


图3 九点法取全水分煤样布点示意图

○—煤样堆的中心； R—煤样堆的半径

水分太大不能顺利通过破碎机和缩分机的煤样，应破碎到小于 13mm，用九点法缩分出 2kg，装入严密的容器中，封严后速送化验室测定全水分。

(2) 方法 A 和 B 采用最大粒度不超过 13mm，煤样重约 2kg。方法 C 采用最大粒度不超过 6mm，煤样重不应少于 300g。

(3) 在测定全水分以前，首先应检查装有煤样的容器的密封情况，然后将其表面擦拭干净，用托盘天平称重(称准到 0.1g)，并与容器上标签所注明的毛重进行核对。如是称出的煤样毛重(煤样与容器的总重)小于标签上所注毛重(不超过 1%)，并且能确定煤样在运送过程中没有损失时，应将减轻的量作为煤样在运送过程中水分损失量，并计算出该量对煤样净重(标签上煤样毛重减去容器重)的百分数(W_1)。在计算煤样全水分时应加入这项损失。然后将容器中煤样充分地混合。

三、测定步骤

1. 方法 A

用已知质量的干燥清洁的浅盘称取煤样 500g(称准到 0.1%)，并将盘中煤样均匀地摊平。

将装有煤样的浅盘放入已加热到温度为 105~110℃和鼓风 3~5min 的干燥箱中，在不断鼓风的条件下烟煤干燥 2~2.5h 无烟煤干燥 3~3.5h，再从干燥箱中取出浅盘，趁热称重。然后进行检查性的试验，每次试验半小时，直到煤样的减量不超过 1g 或者其量有所增加时为止。在后一种情况下，应采用增重前的一次量作为计算依据。

2. 方法 B

用已知质量的干燥清洁浅盘称取煤样 500g(称准到 0.1%)，并将盘中的煤样均匀地摊平。

将装有煤样的浅盘放入预先鼓风并加热到温度为 150~160℃的干燥箱中，在 145±5℃和不断鼓风的条件下烟煤干燥 0.5h，无烟煤干燥 1h，褐煤干燥 1.5h，再从干燥箱中取出浅盘，趁热称重。然后进行检查性的试验，每次试验时间为 15min，直到煤样的减量不超过 1g 或者其量有所增加时为止。在后一种情况下，应采用增重前的一次量作为计算依据。

3. 方法 C

用已知质量的干燥清洁的称量瓶称取煤样 10~12g(称准到 0.01g)并将煤样轻轻晃动，使之铺平。

打开称量瓶瓶盖，将装有煤样的称量瓶放入预先鼓风并加热到温度为 145±5℃的干燥箱中，在不断鼓风的条件下褐煤干燥 45min，烟煤干燥 30min，无烟煤干燥 60min，再将称量瓶从干燥箱中取出，立即盖上盖，在空气中冷却约 5min 后，移入干燥器中继续冷却至室温(约 30min)称重。然后进行检查性试验，每次试验 15min，直到煤样减量不超过 0.01g 或者其量有所增加时为止。在后一种情况下，应采用增重前的一次量作为计算依据。

四、结果计算

测定结果按下列公式计算：

$$W_Q = \frac{G_1}{G} \times 100, \quad (5)$$

式中： W_Q ——煤样全水分，%； G ——煤样重，g； G_1 ——煤样干燥后减轻的量，g。

报告值要修约到小数点后二位。

如果在运送过程中煤样的水分有损失，则可按下列公式求出补正后的煤样全水分：

$$W_Q = W_1 + \frac{G_1}{G} \times (100 - W_1), \quad (6)$$

式中的 W_1 是煤样在运送过程中水分损失量(%)。当 $W_1 > 1\%$ 时，表明煤样在运送途中可能受到意外损失，则不作补正，但测得的水分作为试验室收到煤样的全水分。在报告结果时应注明“未经补正水分损失的测定结果”，并将煤样容器的标签和密封情况一并报告。

五、允许差