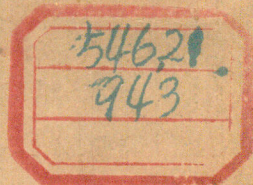


可燃性頁岩的 化學分析

蘇聯 阿·波·雅洪托夫著

秦匡宗譯 施 俠校

燃料工業出版社



內 容 提 要

本書敘述了可燃性頁岩（油母頁岩）的各種化學分析方法。主要包括：工業分析、有機元素分析與乾餾等。此外，本書為供地質化學實驗室之參考，故特論述了在野外條件下的一些分析方法。

本書可供從事油母頁岩分析工作者的參考。

* * *

可燃性頁岩的化學分析

ХИМИЧЕСКИЙ АНАЛИЗ ГОРЮЧИХ СЛАНЦЕВ

根據蘇聯國立地質書籍出版社(ГОСГЕОЛИЗДАТ)

1952年莫斯科俄文第一版翻譯

蘇聯 А. П. ЯХОНТОВ 著

秦匡宗譯 施 俠校

燃料工業出版社出版

社址：北京東長安街燃料工業部

北京市書刊出版業營業許可證出字第012號

北京市印刷一廠排印 新華書店發行

編輯：陳振之 校對：馬駿遠

書號324 * 油47 * 787×1092 $\frac{1}{2}$ 開本 * 1 $\frac{1}{2}$ 印張 * 34千字 * 印1—2,600冊

一九五四年十一月北京第一版第一次印刷

定價2,200元

目 錄

緒 言	2
工業分析	8
水分	8
可燃性頁岩工作水分與實驗室水分的測定	9
可燃性頁岩全分析時試料中水分的測定	10
ВИМС 法可燃性頁岩分析試料中水分的測定	10
灰分	11
可燃性頁岩緩慢定灰法	12
可燃性頁岩快速定灰法	13
ВИМС 法瓷燒舟中灰分的測定	13
揮發物	15
個別測定法	15
成批測定法	17
可燃性頁岩試料中呈碳酸鹽的二氧化碳含量之測定	17
焦渣中呈碳酸鹽的二氧化碳含量之測定	21
元素分析	22
碳與氫含量的測定	22
含氮量的測定	23
含氧量的測定	31
換算公式	31
平行測定的允許誤差	32
含硫量的測定	33
可燃性頁岩的乾餾	35
可燃性頁岩工業性質的考查	38
實際比重的測定	38
彈法測定發熱量	40

緒 言

蘇聯地質學家們將可燃性頁岩分爲兩大類：1)瀝青質頁岩，它含有溶於常用溶劑的原質瀝青，和2)熱解瀝青質頁岩^① (Пиробитуминозные сланцы)，它不含原質瀝青或含量甚微；這種頁岩在乾餾時產生瀝青。本書的討論則僅限於熱解瀝青質頁岩範圍之內。

按照洛桑諾夫的意見，熱解瀝青質可燃性頁岩是一種片狀的粘土質的和泥灰質的岩石，它能碎成薄片，往往能用火柴點燃，且發生多煙的火焰，並具有特殊的瀝青臭味。

可燃性頁岩按其基本化學組成來分類可稱之爲示性分類法 (Рациональный классификация)，即將所有的頁岩分爲六類，它們各具有下列特徵。

第一類，焦油的產量在 25% 以下，熱解生成的焦油下水爲 18—25%，半焦爲 28—40%。在 250° 時即開始釋出焦油。加熱時與焦油同時生成熱解瀝青 (Термобитумы)。這種瀝青往往富於氮份。它的發熱量爲 5800—6300 卡，加里寧省 (高爾契夫 Корчев) 藻類頁岩屬於該類頁岩。

第二類，焦油的產量達 25—35%，熱解生成的焦油下水爲 15—1% 半焦爲 22—28%。該類頁岩也常含有氮化合物雜質。發熱量爲 6300 至 6800 卡。所有侏羅紀的 (伏爾加河的) 及某些其他頁岩均屬於該類頁岩。

第三類，焦油產量自 35—45% 熱解生成水自 10 至 15%，半焦自 18 至 22%。含氮小於 1%。發熱量自 6800 至 7500 卡。蘇聯侏羅紀頁岩的炭化層屬於該類，其他國家的許多產地也有同樣的頁岩。

^① 熱解瀝青質頁岩從所給的定義來看，即我國通稱的油母頁岩，本書以後所用的可燃性頁岩 (Горючие сланцы) 一詞，即指油母頁岩而言；而瀝青質頁岩亦可稱之謂含油頁岩或油頁岩——譯者註。

第四類，焦油產量自 45 至 57%，熱解生成水自 7 至 10%，半焦自 13 至 18%，不含顯著的氮份，其含量不足 1%。發熱量自 7500 至 8500 卡。波羅的海頁岩應屬於此類，此外尚有部分的金吉爾累克產地及許多瀝青煤類頁岩屬此。

第五類，焦油產量近 67%（有時更高），熱解生成水不大於 7%，半焦自 8 至 13%，發熱量自 8500 至 9200 卡。典型的海藻煤（愛沙尼亞頁岩）及許多瀝青煤類屬此。

第六類，在熱解瀝青質頁岩中很少遇到，一般它是一種比較少灰易熔的物質，它是一種瀝青含氧物質的過渡形態。通常典型的瀝青煤類屬於第六類。

可燃性頁岩又可以按照其被利用的方式分為兩類：甲）適於動力燃料用的頁岩，和乙）適於化學加工用的頁岩。

並非所有各種可燃性頁岩都適於直接作為燃燒之用。頁岩可以成塊狀或粉末狀以供燃燒。對於第一種方法來說，頁岩的絕對乾基準的發熱量應不低於 1700 卡時才能應用。成為粉狀頁岩時，則其以絕對乾基準計算時的發熱量不應低於 1200 卡。將可燃性頁岩與無煙煤煤粉混合起來燃燒時也能得到良好的效果。

一般說來，可燃性頁岩燃燒時得到大量的灰份。它佔頁岩重量的 40—60%，其體積則幾佔 70%。根據灰份的化學組成，可以將其利用為生產水泥之用，或者用以製造各種建築材料。

大量採得的可燃性頁岩用作乾餾的原料，從而由其製取頁岩油，可燃氣體及氨水。油的產量，也可稱為頁岩油或頁岩焦油，視乾餾時所用原料頁岩組成的不同而有很寬範圍的變化——從 3% 至 50%。例如蘇格蘭的頁岩能得 8 至 20% 的頁岩油，法國的為 3.5%，愛沙尼亞蘇維埃社會主義共和國的為 15% 至 24%。

將頁岩原油反覆蒸餾並以化學試劑精製加工的結果，可以得到下列類似石油產物的商品產物：

頁岩汽油或溶劑油..... 0.66—0.75^①

① 這些數字想為該產物之比重——譯者註。

燃料用或照明用燈油.....	0.78—0.83
瓦斯油或中油.....	0.84—0.87
潤滑油.....	0.865—0.91

某些頁岩油（蘇聯的客西必爾 Кашпир，德國的巴伐利亞 Бавария）可以作為一種皮膚病藥（Ихтиол）的原料，這是在通常的石油中所得到的。

可燃性頁岩乾餾所得到的頁岩氣體，可以作為照明、鍋爐燃料以及動力氣體之用。某些頁岩氣體可以作為製取硫黃及硫化氫的原料。

最後，可燃性頁岩加工結果所得到的氫水也能加工而製取硫酸銨，它是農業用的人工肥料。

許多蘇聯學者（茨伐崔奇爾等）研究和試驗了如何將頁岩氣體用於氮的固定工業。這個方法在波伏爾斯埃地方的條件下有工業化的希望。

化學分析是認識可燃性頁岩物質的重要方法。在研究之前，根據目的不同，頁岩的化學組成可按下列數法進行研究：1) 工業分析，2) 元素的有機分析及3) 乾餾。在所有這些頁岩的各種化學研究中，試料的正確製備對分析具有很大的意義。

實驗室所收到的試料的重量往往很不一致。如果試料已經在採樣地點進行了磨細與縮分的話，它可以只有幾克；但也可能達到幾公斤。可燃性頁岩在岩石中的含量愈少，它的分布情況愈不均勻，則運來實驗室的平均試料的量也應愈大。

將已運來實驗室的平均試料用進一步磨細及進行系統的縮分的方法來製得為量不多的分析試料。分析試料應該能代表所運來的試料的平均組成。

作為化學分析用的不同樣品的製備，應該隨樣品的性質，首先隨其在顯微鏡下的均勻性而不同。對於一均勻的樣品，可以從其中取出任意的一部分作為磨細之用。樣品的留下部分可以保留作為顯微鏡的或其他的研究，並從其中分出一些供覆核或查對用的小塊。

如果樣品是不均勻的，那麼就要把它全部磨細，或者得到運來岩

石的地質探礦者的同意，用機械方法將岩石分成組成的物質。一般來說，樣品在磨細之前需要除淨已變質的與已風化的表面層（如果它已顯露出來的話）。

爲了磨細和進一步的操作，在實驗室中用手工來操作時，需要用的有鋼板或厚玻璃板，鋼鎚子和瓷的、鑄鐵的、瑪瑙的、玉石的研鉢和特殊的鋼質設備，即所謂阿必赫研鉢。如果岩石較軟或爲中等硬度時，瓷質研鉢的應用最廣，因爲它在用於粉碎和磨細時都很方便。瓷質研鉢有兩種大小：大的直徑不小於 25 厘米，小的爲 10—15 厘米。鑄鐵研鉢的大小有：大的直徑近 15—25 厘米，高 25—30 厘米，小的直徑 10—15 厘米，高 20—25 厘米。瑪瑙或玉石研鉢主要應作爲已粉碎的試料在縮分後的最後磨細之用。

人工粉碎也能够在某些程度的機械化。例如在鑄鐵研鉢中粉碎堅硬的及較大塊的岩石時，常常將研鉢固定在半球形的底座上，並在研鉢上的彈簧上掛着鑄鐵製的杵。這樣可以減輕手工勞動，因爲不需要去維持研鉢的平穩，且不需要耗費舉起杵來的力氣。瓷質研鉢也可以放在重型桌架上的特殊底座內而不使其顫動，杵則插在長的木製的手柄中。現代所流行的機械研鉢，它的杵是用馬達來帶動的。

在實驗室中係按照下列步驟來製取均勻的試料：1) 將所有的物料粉碎至 0.20—0.25 毫米並隨着即用 65 網眼的篩子檢驗之；2) 小心地多次地混和已被破碎的物料；3) 將物料四分（縮分）至 30—40 克左右（不大於 100 克），而若測定一個組份，則縮分至 10—20 克；4) 將所有的物料在瑪瑙鉢中研細至 0.02—0.01 毫米，並隨着用 200 網眼的篩子檢驗之。

在試料塊度的大小達到 0.246 毫米，此即所有的試料能無殘留地通過 65 網眼的篩子之前，不應作過早的縮分。爲了進行試料的縮分（四分），需要用大小爲 70×70 厘米帶邊緣的攪和用板。該板可以用具有平滑桌面的桌子代替，桌面則包以玻璃紙。

在粉碎後，將所有製得的物料倒在板上或桌上堆成錐形，且小心地多次地混和之。已混和了的物料再一次在原處堆成錐形又重新混

和。這樣操作重覆不少於三次，然後壓緊而使錐形底部擴大，由此製成高約 2—3 厘米的「薄餅」。此後進入第二步操作，即精確地縮分試料。

用尖銳的骨針或有鋼刃口的特殊劃分器將由錐形製得的薄餅平均分成四份。捨棄兩個對角的四分之一，而將留下的兩份取作試料。此時應用乾的毛刷子小心地把被捨棄的兩份所有的微粒和粉末都掃去，因為這不是已選出的試料。選出的物料重新小心地混和，又堆成錐形，這樣下去，一直到四份中兩份物料的量約等於作為均勻試料所需要的重量為止。

當工作很小心時，該法製得的分析試料能作出很準確的結果。但是稍微有一點不按規則來做，就會導使試料不合用。這是上述方法的嚴重缺點。

採用瓊氏分離器 (Делитель Джонса) 可以大大減少個人誤差的可能性。將所有的已被粉碎的物料以上述方法混和後，置於金屬製成的料盒內，然後均勻地傾入分離器。物料被分離器分成相等的兩份，沿着管子進入預設在下面的兩個容量較小的料盒裡。盛在一個盒裡的試料丟棄掉，另外一個料盒內的試料再一次通過分離器，這樣下去，直到留下的物料的量約等於原先試料重量的 $\frac{1}{16}$ 。該物料的量在大多數情況下不會超過 200 克。在桌子上四分（縮分）兩次，留下的即作為分析試料。

當製備分析試料時，特別重要的是要認識造成得到不正確試料的原因。尤其是在手工操作的時候，錯誤的來源可以很多，要將它們全部指出來是不可能的。其中佔多數的是由於個人的原因。下面我們來討論一下一些重要的誤差原因：

1. 試料的乾燥，地質探礦者選出來送到實驗室中的試料常常是潮濕的，它需要預先進行乾燥。這裡應該分成兩種情況：1) 不需要測定試料中的吸着水份及 2) 需要測定試料中的吸着水份。絕對不能允許將樣品直接放在烘爐、爐子等上面進行乾燥，因為該試料在這些爐上所承受的作用溫度是不知道的，並可能遠超過 100° 。在後一種條件

下，樣品所損失掉的水份不僅是吸着水，而且有部分的（而有時甚至是全部）化合水。這樣就自然會導致誤差。

最好的辦法是在通常的大氣溫度 $15-20^{\circ}$ 間通風不大的條件下乾燥，但是這個方法需要佔很多的地方和很長的時間。所以當在不要求測定吸着水分的情況下，試料的乾燥應在特製的乾燥箱內進行（例如在水浴恆溫器中），或者當大量的樣品作大批分析時，把試料放在置於鐵絲做的網上，該鐵絲網則放在加熱爐或其他爐子的上面，網與加熱體之間的距離要不低於 0.5 米。

2. 在製備分析試料時不注意或者粗枝大葉，必然會導致誤差的產生。不少的錯誤是在用篩子過篩時產生的，特別常見的誤差原因是當試料過篩和粉碎時，將全部試料中難於粉碎的塊粒丟棄。

3. 試料在磨細或縮分時，儀器和用具的不清潔是產生錯誤的重要原因之一。所有用作磨細的儀器和用具都要經常保持絕對的乾淨。

分析試料通常保存在紙做的袋子裡。但將試料放在帶有嚴密的蓋子的盒子裡要方便和可靠得多，更好是放在帶有毛玻璃塞子的瓶子裡。每一個試料都應該編有實驗室的號碼，這號碼在同一個化學實驗室中無論何時不應該有所重覆。如果試料放在紙袋子或盒子裡，那末編號就用墨水寫在紙袋子或盒子上面，而裡面再放一張同一編號的標籤。如果試料保存在玻璃瓶裡，那末編號就用氯化亞鐵寫在瓶子上面，再在瓶子裡面也放一張同樣編號的標籤，同時每一個試料的實驗室編號都應記在登記簿上。

試料登記簿是分析實驗室進行工作的最重要的文件。在它上面要記下所有已有的涉及的試料。記錄要儘可能的完全和詳盡。實驗室用的登記簿格式的例子有如第 8 頁所示。

已被分析過的試料和分析結果一起由化學分析員送給實驗室主任。已試驗過的試料樣品至少在實驗室裡保存三年。野外實驗室把試料和分析結果交給領導它的中央實驗室。關於試料的交出的情況要清楚地記載在該野外實驗室的試料登記簿中。

試料的保存有着重要的意義，這個工作要組織到可以使任何試料

能很迅速地很容易地找出來。在每一個經常性的實驗室裡，需要有一個按照系統分類存放所有已被分析過的試料的儲藏室。儲藏室中每一個試料應該有它的卡片，卡片上寫着號碼（櫃子和架子或箱子的編號），分析結果，進行分析的化學分析員的名字，分析時間和樣品的交來者（地質工作者，岩石工作者的名字，機關名稱等等）。

備 考	分析員姓名	出 期	交 期	試料	收到	試料	測定要求	樣品 深度	取出	取樣 編號	鑽孔 編號	試樣 編號	樣品 數量	來 樣 單 （ 團 體 期 察 稱 ）	實 驗 室 編 號	收 入 編 號
		實 際	按 指 示	圖 表	實 際	按 指 示										

工業分析

所謂工業分析，它能夠對可燃性頁岩的組成及其工業價值給予一個初步的粗糙的概念。工業分析包括水份、灰份和揮發份的測定。在分析時所有需用的儀器（稱量瓶，坩堝，烘焙皿）應在事先都加以編號和稱重。它們應保存在乾燥器內。在應用之前，將儀器重新稱重一次。所有新的瓷質坩堝和烘焙皿應事先經過灼燒。

水分

可燃性頁岩中的水份含量會有很大的變化。從礦產地挖掘出來的可燃性頁岩所含的水份在大氣中逐漸失去，直到留在可燃性頁岩中的水份的蒸汽壓與空氣的相對濕度達成平衡為止。當這個平衡確立之

後，可燃性頁岩在空氣中保存時重量便不再變化。這樣的可燃性頁岩稱之為空氣乾燥的可燃性頁岩，而其中所留下的水分，則稱為內部水分或吸着水分。供給用戶的可燃性礦物中全部水分總量稱為總水分或工作水分，並常以 W^p 表之。

當試料處於與在實驗室中空氣的相對濕度條件下之空氣乾燥狀態時，留在試料裡的水分稱之為實驗室水分，並以 W^n 表之。這項指標已經是陳舊的了，僅僅用於將分析結果換算至乾燥物質基準的時候。現在則代之而作另外一個指標的測定——分析試料的水分或分析水分，其表示符號為 W^a 。

讓我們討論一下工作水分—— W^p ，實驗室水分—— W^n 與分析水分—— W^a 的測定方法。

可燃性頁岩工作水分與實驗室水分的測定

首先，在實驗室中要很仔細地檢查送來測定分析水分含量的分析試料的包裝。然後拆開密封的包皮和鉛封，並將試料包用乾布拭淨。秤重在能秤重達 5 公斤的工業天平上進行精確度要求為 1 克。

如果試料包的重量顯得比標籤上所示的重量為小，則將該重量之差作為損失水分 W_n ，並將在工作水分含量的計算中用到它。

在開始測定可燃性頁岩試料的水分之前，先將封着的包向各個方向揉動 4—5 分鐘。然後取出可燃性頁岩的試樣並將試料包重新小心地封好。每一個頁岩試樣通常係從試料深處的不同地方取出二三份來。當用烘培皿來分析時，取 25 ± 5 克的試樣兩份，而當在稱量瓶中進行乾燥時，則取 10 ± 1 克。無論在烘培皿上或在稱量瓶裡，頁岩層的厚度不應超過 10 毫米。在秤重之後，將烘培皿上的頁岩輕輕震動而使其平均。

將裝有頁岩試樣的器皿放在已預熱至 $102-105^\circ$ 的乾燥箱裡，並進行 1.5—2 小時的乾燥。裝着試樣的器皿從乾燥箱中取出後即進行冷卻，開始的幾分鐘在空氣中冷卻，而後則在乾燥器中冷卻。此後，即進行秤重，並將每一個裝有頁岩試料的器皿的重量記下。

接着進行覆核乾燥。每一次的乾燥時間為半小時。此後，盛有試樣的容器再一次的稱重並記下其稱重結果。反覆進行覆核乾燥，直到重量的減少或增加小於 0.02 克（當頁岩試料為 25 克時）或小於 0.01 克（試料為 10 克時）為止。

在箱中乾燥時，將稱量瓶的蓋子半開，而當在乾燥器中冷卻與稱重時，則應蓋上蓋子。

頁岩在乾燥時重量總的減少，換算為其試樣的百分數，即作為實驗室水分 W_n 。

工作水分 W_p 的計算（百分數）係根據下列公式：

$$W_p = W_n + W_n \frac{100 - W_n}{100},$$

此處 W_n ——試料運送過程中的水分損失，對試料原始重量的百分數；

W_n ——實驗室水分，%。

如果試料包的重量當到達實驗室時沒有什麼變化，在這種情況下，則認為工作水分等於實驗室水分。

可燃性頁岩全分析時試料中水分的測定

在稱量瓶中放 1—2 克的試樣，將其置於乾燥箱內。稱量瓶中頁岩層的厚度不應超過 5 毫米。將乾燥箱預先加熱至 102—105°。頁岩試樣在這個溫度下乾燥 1—1.5 小時。從乾燥箱中拿出稱量瓶之後，進行冷卻與稱重。

此後，即進行覆核乾燥。一次覆核乾燥的時間等於半小時。乾燥一直進行到增重或重量的減少小於 0.001 克時為止。在增重的情況下，則採取倒數第二次的重量作為計算用的數據。頁岩乾燥時所減少的總重量，計算為其試樣的百分數，即作為試料的分析水分 (W_a)。

ВИМС 法可燃性頁岩分析試料中水分的測定①

將裝有可燃性頁岩試料（0.2—0.5 克）的金屬稱量瓶在蓋着的

① 此法用於在野外條件下頁岩的簡單估價。

情況下秤重後，放在乾燥箱內（內部尺寸為 $85 \times 100 \times 80$ 毫米），乾燥箱放在煤油燈上的金屬環之上（圖 1）。將乾燥箱預熱至 105°C 。

完全乾燥 0.2—0.5 克的試樣需要 20—40 分鐘。但是要確定每一特定地區的頁岩乾燥所需的時間則須通過試驗——即將可燃性頁岩的樣品之一乾燥至恆重。

乾燥終了時，很快地將稱量瓶蓋上蓋子放在乾燥器中 冷卻 25—30 分鐘。冷卻之後將稱量瓶秤重。爲了確定乾燥整批樣品所需時間，那些裝着頁岩試料的稱量瓶再一次放入加熱到 $100—105^{\circ}$ 的乾燥箱中，然後重新冷卻與秤重。這樣，試料進行反覆的乾燥而達恆重。

在箱子裡乾燥的期間內，稱量瓶應該打開蓋子或者是半開着，在其餘的全部時間內則將蓋蓋緊。稱量瓶不應與乾燥箱的壁相接觸。

乾燥時所減少的重量用所取頁岩試樣的百分數表之，即作爲分析水分含量 W_a 。按下列公式進行計算：

$$W_a = \frac{B \times 100}{A},$$

此處 B ——可燃性頁岩試樣的減重，克；

A ——試樣原先的重量，克。

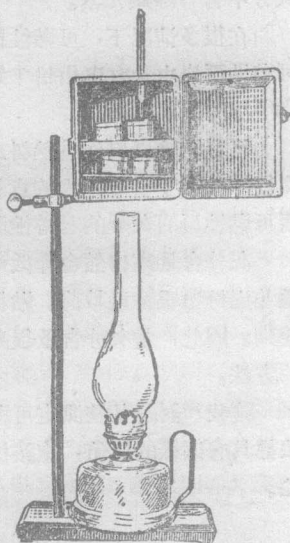


圖 1 野外條件下測定水分的裝置

灰 分

灰分是可燃性頁岩燃燒之後所殘留下來的礦物質。灰分可分爲內在的與外來的兩種。外來的灰分是頁岩在某種變化階段中從外界帶到可燃性頁岩有機成分中去的灰分。在起初構成藻類，而後成爲頁岩有機部分的有機物質內的礦物組分，則稱之爲內在灰分。

外來的灰分係由被江河和土壤中的水帶到池沼中的礦物雜質而來。其中有砂子，粘土等等。同時，和這些雜質一起進入可燃性頁岩物質中的有銅、鎳、鉛和某些其他元素，它們想必存在於岩層中，此種岩層因遭到破壞及冲刷而入池沼。有的時候可燃性頁岩的灰分中還會有重質元素和稀有元素的存在。這可以假設為在熱解瀝青質可燃性頁岩的一個形成階段中，從土壤的溶液裡將此種元素吸附的結果而使灰分中含有該類元素。

在很多情況下，可燃性頁岩的外來灰分都是純粹的粘土。在某些可燃性頁岩中含有自由倍半氧化物。鎂與鈣一起常以白雲石 $\text{MgCO}_3 \cdot \text{CaCO}_3$ 的狀態出現。

將可燃性頁岩作為燃料或者作為化工原料之用時，其灰分的組成在很多情況下有着重大的意義。特別是灰分的組成決定它的熔融溫度，而可燃性頁岩灰分的易熔性則嚴重地使其在爐中燃燒的操作困難化。

灰分含量高自然會降低可燃性頁岩的發熱量，需要白白地耗費運輸並過份增重輸送載荷。燃料中的灰分含量愈大，其完全燃燒也愈難達到。因此，當灰分含量很高時，應該尋找其他最大利用燃料發熱量的方法。

讓我們討論某些測定可燃性頁岩中灰分含量的方法。所有這些方法都具有同樣的價值，應該根據當地條件而決定實驗室應採用何種方法。

可燃性頁岩緩慢定灰法

將可燃性頁岩試樣 1—2 克放在已上釉的瓷坩堝中，坩堝的高度為 25—30 毫米，直徑為 30—40 毫米，或者放在瓷做的烘焙皿內，其大小約為 45×30 毫米，在分析天平上稱重。坩堝或烘焙皿放入冷的墨佛爐內，並開始逐步的加熱墨佛爐至 200—250° ①。可燃性頁岩試樣於該溫度下在蓋閉了的墨佛爐中煅燒 2 小時。每次測定可燃性頁岩中灰分時，墨佛爐的溫度應予檢查。在坩堝或烘焙皿的煅燒時，應將其

① 此處想係 800—850° 之誤——譯者註。

放在墨佛爐完全灼熱段中。將裝着可燃性頁岩灰渣的坩堝或烘焙皿從墨佛爐中取出，在空氣中冷卻 5 分鐘，然後放在乾燥器內進行冷卻。冷卻後，在分析天平上將其稱重。

裝着灰分的坩堝然後進行半小時的覆核煅燒，繼之以稱重。覆核煅燒一直進行到其重量的變化小於 0.001 克為止。計算時則取最後一個重量數據。坩堝中或烘焙皿中的灰渣重量以頁岩試樣百分數表示之，即作為可燃性頁岩分析試料的灰分含量 Aa 。它可以用下式計得

$$Aa = \frac{A_1 \times 100}{A},$$

此處 A ——可燃性頁岩試樣，克；

A_1 ——灰渣重量，克。

可燃性頁岩快速定灰法

將可燃性頁岩試樣 1 ± 0.1 克置於烘焙皿內，同時加熱電熱式墨佛爐至 $800 \pm 25^\circ$ 。然後打開墨佛爐的小門並將陶製的或金屬製的板放上。板上放着 3—4 列的烘焙皿，務使其第一列位於墨佛爐中的出口附近。烘焙皿在這種情況下放置 10 分鐘，而後逐步地一一列地以每分鐘 1 厘米的速度將其移入墨佛爐的完全灼熱段。當所有裝着可燃性頁岩試樣的烘焙皿進入了墨佛爐的完全灼熱段時，關上小門並將試樣在 $800 \pm 25^\circ$ 的溫度下於墨佛爐內保持 40 分鐘。然後將裝着灰渣的烘焙皿從墨佛爐中取出，冷卻（在空氣中 5 分鐘，然後則在乾燥器中）並稱重之。

此後在 $800 \pm 25^\circ$ 下將裝着灰渣的烘焙皿進行 20 分鐘的覆核煅燒。該項煅燒應進行直到重量的變化小於 0.001 克為止。取最後的重量作為計算之用。

灰渣的重量 A_1 ，以可燃性頁岩試料 A 之百分數表之，即作為頁岩分析試料的灰分含量 Aa 。

ВИМС法瓷燒舟中灰分的測定

將已經稱重的裝着可燃性頁岩試樣（0.2—0.5 克）的瓷燒舟放在

其中插有一根瓷管的不大的石墨火鉢內定灰。在 $700-800^{\circ}$ 的溫度下燒至恆重所需的時間對於各個地區應以試驗來確定。

煅燒終了時，燒舟(或為槽形皿)自管內取出，並置於石棉板上，在空氣中冷卻 5 分鐘，而於 5 分鐘後在乾燥器內放置 25—30 分鐘以期完全冷卻。冷卻後，將燒舟稱重。

用以確定煅燒所需時間的裝着試樣的各該燒舟重新放入瓷質爐管內 30 分鐘。然後又以同樣步驟冷卻，並再次稱重。裝着可燃性頁岩試樣的燒舟就這樣經反覆煅燒而達恆重。用試驗方法確定了完全灰化煅燒所需的時間之後，裝有試樣的燒舟在爐中保持此規定時間，而不需反覆煅燒，在 $700-800^{\circ}$ 溫度下煅燒後所得的可燃性頁岩灰渣重量以試樣的百分數表示之，即作為所試驗的頁岩分析試料中的灰分含量(A_a)。以下式進行計算

$$A_a = \frac{A_1 \times 100}{A},$$

此處 A ——可燃性頁岩的試樣重，克；

A_1 ——煅燒後灰渣的重量，克。

水分和灰分是頁岩中的兩種不可燃的組分，並在以其作為燃料時的估價中被認為廢物。可燃性頁岩的減去了廢物的該部分被稱作假定的可燃質或無水無灰頁岩。

在某些情況下，當可燃性頁岩作為燃料的估價時，分析結果以所謂絕對乾燥物質，此即已被乾燥至恆重的物質為基準。這種物質分析起來實際上是不容易的，因為它在稱量時會從空氣中吸收水分。因之，不管所需表示分析的方式如何，所有的測定均以通常的方法進行，而後依照下式換算之：

$$\text{甲) 對乾燥物質: } X^c = X^a \frac{100}{100 - W^a};$$

$$\text{乙) 對工作燃料: } X^p = X^a \frac{100 - W^p}{100 - W^a};$$

$$\text{丙) 對假定可燃質: } X^r = X^a \frac{100}{100 - W^a - A_a - CO_2^a \kappa_{ap} - H_2O_H^a}.$$

這裡 W^a ——該分析試料的水分；

A^a ——該分析試料的灰分；

$CO_2^{a_{ap6}}$ ——二氧化碳的含量；

$H_2O_H^a$ ——頁岩無機部分的含水，此即為礦物質中含水。

為作初步估價，可以利用下列簡化了的公式：

$$Xr = Xa \frac{100}{100 - Wa - Aa}.$$

該公式中之 X 可以表示灰分 A ，揮發分 V ，也可表示元素分析的指標——碳 C ，氫 H ，氧 O ，氮 N ，硫 S ——以及發熱量 Q 。作這樣的換算是為了有可能去比較不同灰分和水分的可燃性頁岩。

揮 發 物

揮發物在可燃性頁岩的定性標誌中起着重要的作用。它是可燃性頁岩在高溫下有機部分（偶爾也有無機的）分解的結果。有機物質通常釋出氣態的與沸點較低的液態產物。在去掉揮發物之後，留下來的
是固體的焦渣。

放出來的氣態和轉化為蒸汽的液態產物的總和被稱為揮發分。其數量大小在很大程度上取決於該可燃性頁岩遭受分解的條件。為了得到可以比較的結果，揮發物的測定應按照標準方法來進行。

下面敘述幾種測定揮發分的方法。這些方法完全具有同樣的價值，可以根據當地條件來選用。

個別測定法

揮發分的個別測定在電熱爐中進行。在瓷坩堝（羅茨式）中以分析天平取可燃性頁岩試樣 1 克，蓋上坩堝蓋，並將其置於電熱爐的吊環上。

電熱爐加熱至穩定溫度 850° ，自其上取下平板，迅速用已在其上掛着坩堝的蓋子蓋上爐子。然後在爐中保持 7 分鐘。在全部測定過程