

Analysis of coal quality

煤质分析

GB/T 国家标准大全



采、制、化操作规程

目 录

《商品煤样人工采取方法》	1-20 页
《煤样的制备方法》.....	20-42 页
《煤炭浮沉试验方法（一）》	42-48 页
《煤炭浮沉试验方法（二）》	48-50 页
《煤中全水分测定方法的操作规程》.....	50-53 页
《煤的工业分析方法的操作规程》.....	53-63 页
《煤和焦炭全硫测定方法的操作规程》.....	63-66 页
《发热量测定的操作步骤》.....	67-76 页
《粘结指数测定方法的操作步骤》.....	76-79 页
《烟煤胶质层指数测定的操作步骤》.....	80-89 页
《自动胶质层指数测定操作规程》.....	90-90 页
《焦炭试样的采取和制备的操作规程》	91-100 页
《冶金焦炭的焦末含量及筛分组成的测定方法》.....	100-101 页
《焦炭工业分析测定方法的操作步骤》.....	101-109 页
《焦炭机械强度的测定方法的操作步骤》.....	109-112 页
《焦炭反应性及反应后强度试验方法的操作步骤》	112-116 页
《焦化油类产品取样方法》	117-122 页
《焦化产品水分测定方法的操作步骤》.....	122-126 页
《铁精粉、球团、铁矿石的采样方法》.....	127-130 页
《铁精粉、球团、铁矿石的制样方法》.....	131-133 页
《细磨铁精矿粒度手工取样筛分操作规程（试行）》	133-135 页
《全铁含量测定分析方法操作规程》.....	135-138 页

《亚铁含量测定分析方法操作规程》·····	139-142 页
《二氧化钛含量测定分析方法操作规程（高钛含量的测定）》	142-146 页
《二氧化钛含量测定分析方法操作规程（低钛含量的测定）》	146-150 页
《五氧化二钒含量测定分析方法》·····	150-153 页
《磷含量测定分析方法操作规程》·····	154-157 页
《磷、砷含量测定分析方法操作规程》·····	157-161 页
《砷的测定 —— 碘吸收砷化氢钼蓝吸光光度法》·····	162-166 页
《硅含量测定分析方法操作规程》·····	167-170 页
《碳、硫含量测定分析方法操作规程》·····	170-173 页
《水分测定的操作规程》·····	173-176 页
《药品配置的管理制度（试行）》·····	176-177 页
《危化品的管理制度（试行）》·····	177-178 页

商品煤样人工采取方法

1 目的

熟悉本岗位的操作要求，掌握基本操作技能。

2 执行标准

GB 475—2008 商品煤样人工采取方法。

3 适用范围

本方法规定了商品煤人工采样方法的术语和定义、采样的一般原则和采样精密度、采样方法。本方法适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

4 术语和定义，下列术语和定义适用于本方法。

4.1 煤样：为确定某些特性而从煤中采取的具有代表性的一部分煤。

4.2 商品煤样：代表商品煤平均性质的煤样。

4.3 专用试验煤样：为满足某一特殊试验要求而制备的煤样。

4.4 共用煤样：为进行多个试验而采取的煤样。

4.5 全水分煤样：为测定全水分而采取的煤样。

4.6 一般煤样：为制备一般分析试验煤样而专门采取的煤样。

4.7 一般分析试验煤样：破碎到粒度小于 0.2mm 并达到空气干燥状态，用于大多数物理和化学特性测定的煤。

4.8 粒度分析煤样：为进行粒度分析而专门采取的煤样。

4.9 子样：采样器具操作一次或截取一次煤流全横截段所采取的一份样。

4.10 分样：由均匀分布于整个采样单元的若干初级子样组成的煤样。

4.11 总样：从一采样单元取出的全部子样合并的煤样。

4.12 初级子样：在采样第一阶段、于任何破碎和缩分前采取的子样。

4.13 缩分后试样：为减少试样质量而将之缩分后保留的一部分。

- 4.14 采样：从大量煤中采取具有代表性的一部分煤的过程。
- 4.15 连续采样：从每一个采样单元采取一个总样，采样时，子样点以均匀的间隔分布。
- 4.16 间断采样：仅从某几个采样单元采样。
- 4.17 批：需要进行整体性质测定的一个独立煤量。
- 4.18 采样单元：从一批煤中采取一个总样的煤量。一批煤可以是一个或多个采样单元。
- 4.19 标称最大粒度：与筛上物累计质量分数最接近（但不大于）5%的筛子相应的筛孔尺寸。
- 4.20 精密度：在规定条件下所得独立试验结果间的符合程度。
- 4.21 系统采样：按相同的时间、空间或质量间隔采取子样，但第一个子样在第一间隔内随即采取，其余的子样按选定的间隔采取。
- 4.22 随机采样：采取子样时，对采样的部位或时间均不施加任何人为的意志，使任何部位的煤都有机会采出。
- 4.23 时间基采样：从煤流中采取子样，每个子样的位置用以时间间隔来确定，子样质量与采样时的煤流量成正比。
- 4.24 质量基采样：从煤流中或静止煤中采取子样，每个子样的位置用一质量间隔来确定，子样质量固定。
- 4.25 分层随机采样：在质量基采样和时间基采样划分的质量或时间间隔内随机采取一个子样。
- 4.26 误差：观测值和可接受的参比值间的差值。
- 4.27 方差：分散度的量度，数值上为观测值与它们平均值之差值的平方和除以自由度（观测次数减1）。

4.28 标准偏差：方差的平方根。

4.29 变异系数：标准差对算术平均值绝对值的百分比，又称相对标准偏差。

4.30 随机误差：统计上独立于先前误差的误差。

4.31 偏倚：系统误差。它导致一系列结果的平均值总是高于或低于用一参比方法得到的值。

4.32 实质性偏倚：具有实际重要性或合同各方同意的允许偏倚。

5 采样的一般原则和采样精密度

5.1 采样的一般原则

煤炭采样和制样的目的，是为了获得一个其试验结果能代表整批被采样煤的试验煤样。

采样和制样的基本过程：是首先从分布于整批煤的许多点收集相当数量的一份煤，即初级子样，然后将各初级子样直接合并或缩分后合并成一个总样，最后将此总样经过一系列制样程序制成所要求数目和类型的试验煤样。

采样的基本要求，是被采样批煤的所有颗粒都可能进入采样设备，每一个颗粒都有相等的机率被采入试样中。

为了保证所得试样的试验结果的精密度符合要求，采样时应考虑以下因素：

- a) 煤的变异性（一般以初级子样方差衡量）；
- b) 从该批煤中采取的总样数目；
- c) 每个总样的子样数目；
- d) 与标称最大粒度相应的试样质量。

5.2 采样精密度

在所有的采样、制样和化验方法中，误差总是存在的，同时用这样的方法得到的任一指定参数的试验结果也将偏离该参数的真值。由于不能确切了解“真值”，一个单个结果对“真值”的绝对偏倚是不可能测定的，而只能对该试验结果的精密度做一估算。对同一煤进行一系列测定所得结果间的彼此符合程度就是精密度，而这一系列测定结果的平均值对一可以接受的参比值的偏离程度就是偏倚。

采样精密度与被采样煤的变异性（初级子样方差、采样单元方差）、制样和化验误差、采样单元数、子样数和试样量有关。在试样量一定情况下，可用下列公式估算。

如果自同一个采样单元中采取大量的重复样品并分别制样和分析，则单次观测值的精密度（P）由式（1）给出：

$$P = 2S = 2\sqrt{V_{SPT}} \quad (1)$$

式中：S——样品总体标准差估计值；

V_{SPT} ——重复样品的总方差。

对于一个总样， V_{SPT} 由式（2）给出：

$$V_{SPT} = \frac{V_1}{n} + V_{PT} \quad (2)$$

式中： V_1 ——初级子样方差；

V_{PT} ——制样和化验方差；

n——总样中的子样数目。

将一批煤分为多个采样单元并从每个采样单元中采取一个总样（即连续采样）时的 V_{SPT} 结果由式（3）给出：

$$V_{SPT} = \frac{V_1}{mn} + \frac{V_{PT}}{m} \quad (3)$$

式中：n——单个采样单元中的子样数目；

m——批煤采样单元数目。

因为一个总样相当于一组重复总样中的一员，对于连续采样，合并（1）和式（3），得到式（4）和式（5）：

$$P_L = 2\sqrt{\frac{V_1}{mn} + \frac{V_{PT}}{m}} = \frac{P_{SL}}{\sqrt{m}} \quad (4)$$

$$P_{SL} = P_L\sqrt{m} \quad (5)$$

式中： P_L ——一批煤在 95% 置信水平下 m 个采样单元的平均测定值精密度；

P_{SL} ——一个采样单元在 95% 置信水平下的采样精密度。

当将一批煤分成多个采样单元时，各采样单元平均值间可能有差异。当所有采样单元都采样并化验时，这种差异不会导致额外的方差。但是如果只有部分单元被采样和化验（即间断采样），则应在式（3）中加入一项采样单元方差校正项，此时 V_{SPT} 和 P_L 计算按式（6）和式（7）进行：

$$V_{SPT} = \frac{V_1}{un} + \frac{V_{PT}}{u} + \left(1 - \frac{u}{m}\right) \frac{V_m}{u} \quad (6)$$

$$P_L = 2\sqrt{\frac{V_1}{un} + \frac{V_{PT}}{u} + \left(1 - \frac{u}{m}\right) \frac{V_m}{u}} \quad (7)$$

式中：m——批煤采样单元总数；

u——批煤中进行采样的采样单元数目；

V_m ——采样单元方差。

6 采样方案

6.1 采样方案选择

采样原则上按本标准规定的基本采样方案进行。在下列情况下应另行设计专用采样方案，专用采样方案在取得有关方同意后方可实施：

- a) 采样精密度用灰分以外的煤质特性参数表示时；
- b) 要求的灰分精密度值小于表 1 所列值时；
- c) 经有关方同意需另行设计采样方案时。

无论基本采样方案或专用采样方案，都应按规定进行采样精密度核验和偏倚试验，确认符合要求后方可实施。

6.2 基本采样方案

6.2.1 采样精密度

原煤、筛选煤、精煤和其他洗煤（包括中煤）的采样、制样和化验总精密度（灰分，Ad）如表 1 规定。

表 1 采样精密度（灰分，Ad）

原煤、筛选煤		精煤	其他洗煤 (包括中煤)
Ad≤20%	Ad>20%		
$\pm \frac{1}{10} Ad$ 但不小于±1% (绝对值)	±2% (绝对值)	±1% (绝对值)	±1.5% (绝对值)

6.2.2 采样单元

6.2.2.1 商品煤分品种以 1000 t 为一基本采样单元。

6.2.2.2 当批煤量不足 1000t 或大于 1000t 时，可根据实际情况，以下煤量为一采样单元：

- a) 一列火车装载的煤；
- b) 一船装载的煤；
- c) 一车或一船舱装载的煤；

d) 一段时间内发送或接收的煤。

6.2.2.3 如需进行单批煤质量核对,应对同一采样单元煤的采样、制样和化验。

6.2.3 每个采样单元子样数

6.2.3.1 基本采样单元子样数

原煤、筛选煤、精煤及其他洗煤(包括中煤)的基本采样单元子样数列于表2。

表2 基本采样单元最少子样数

品种	灰分范围	采样地点				
	Ad	煤流	火车	汽车	煤堆	船舶
原煤、筛选煤	>20%	60	60	60	60	60
	≤20%	30	60	60	60	60
精煤	—	15	20	20	20	20
其他洗煤(包括中煤)	—	20	20	20	20	20

6.2.3.2 采样单元煤量少于1000t时的子样数

采样单元煤量少于1000t时子样数根据表2规定子样数按比列递减,但最少不应少于表3规定数。

表3 采样单元煤量少于1000t时的最少子样数

品种	灰分范围	采样地点				
	Ad	煤流	火车	汽车	煤堆	船舶
原煤、筛选煤	>20%	18	18	18	30	30
	≤20%	10	18	18	30	30
精煤	—	10	10	10	10	10
其他洗煤(包括中煤)	—	10	10	10	10	10

6.2.3.3 采样单元煤量大于 1000t 时的子样数

采样单元煤量大于 1000t 时的子样数按式 (8) 计算:

$$N=n\sqrt{\frac{M}{1000}} \quad (8)$$

式中:

N——应采子样数;

n——表 2 规定子样数;

M——被采样煤批量, 单位为吨 (t);

1000——基本采样单元煤量, 单位为吨 (t)。

6.2.3.4 批煤采样单元数的确定

一批煤可作为一个采样单元, 也可按式 (9) 划分为 m 个采样单元:

$$m=\sqrt{\frac{M}{1000}} \quad (9)$$

式中:

M——被采样煤批量, 单位为吨 (t)。

将一批煤分为若干个采样单元时, 采样精密度优于作为一个采样单元时的采样精密度。

6.2.4 试样质量

6.2.4.1 总样的最小质量

表 4 和表 5 分别列出了一般煤样(共用煤样)、全水分煤样和粒度分析煤样的总样或缩分后总样的最小质量。表 4 给出的一般煤样的最小质量可使由于颗粒特性导致灰分方差减小到 0.01, 相当于精密度为 0.2%。

表 4 一般煤样总样、全水分总样/缩分后总样最小质量

标称最大粒度/mm	一般煤样和共用煤样/kg	全水分煤样/kg
150	2600	500
100	1025	190
80	565	105
50	170 ^a	35
25	40	8
13	15	3
6	3.75	1.25
3	0.7	0.65
1.0	0.10	—

a 标称最大粒度 50mm 的精煤，一般分析和共用试样总样最小质量可为 60kg

表 5 粒度分析总样的最小质量

标称最大粒度/mm	精密度 1%的质量/kg	精密度 2%的质量/kg
150	6750	1700
100	2215	570
80	1070	275
50	280	70
25	36	9
13	5	1.25
6	0.65	0.25
3	0.25	0.25

注：表中精密度为测定筛上物产率的精密度，即粒度大于标称最大粒度的煤的产率的精密度，对其他粒度组分的精密度一般会更好。

6.2.4.2 子样质量

6.2.4.2.1 子样最小质量

子样最小质量按式（10）计算，但最少为 0.5kg。

$$m_a=0.06d \quad (10)$$

式中：

m_a ——子样最小质量，单位为千克（kg）；

d ——被采样煤标称最大粒度，单位为毫米（mm）。

表 6 给出了部分粒度的初级子样或缩分后子样最小质量。

表 6 部分粒度的初级子样最小质量

标称最大粒度/mm	质量参考值/kg
100	6.0
50	3.0
25	1.5
13	0.8
≤6	0.5

6.2.4.2.2 子样平均质量

当按 6.2.3 规定子样数和 6.2.4.2.1 规定的最小子样质量采取的总样质量达不到表 4 和表 5 规定的总样最小质量时，应将子样质量增加到按式（11）计算的子样平均质量。

$$\bar{m} = \frac{m_g}{n} \quad (11)$$

式中：

\bar{m} ——子样平均质量，单位为千克（kg）；

m_g ——总样最小质量，单位为千克（kg）；

n ——子样数目。

7 采样方法——初级子样采取方法

7.1 移动煤流采样方法

7.1.1 概述

移动煤流采样可在煤流落流中或皮带上的煤流中进行。采样可按时间基或质量基以系统采样方式或分层随机采样方式进行。从操作方便和经济的角度出发，时间基采样较好。采样时，应尽量截取一完整煤流横截段作为一子样，子样不能充满采样器或从采样器中溢出。

试样应尽可能从流速和负荷都较均匀的煤流中采取。应尽量避免煤流的负荷和品质变化周期与采样器的运行周期重合，以免导致采样偏倚。如果避免不了，则应采用分层随机采样方式。

7.1.1.1 操作步骤

a) 准备好采样铲或采样专用工具、盛装试样的桶或朔料袋、编织袋等。

b) 货物在移动的过程中按一定时间间隔用采样铲或采样专用工具
采
取子样。

c) 将所采试样的样品编号的标签放入带有双层盖的朔料桶或朔料袋内，密封好，放到指定地点。

7.1.2 落流采样法

该方法不适用于煤流量在 400 t / h 以上的系统。煤样在传送皮带转输点的下落煤流中采取。

采样时，采样装置应尽可能地以恒定的小于 0.6m/s 的速度横向切过

煤流。采样器的开口应当至少是煤标称最大粒度的3倍并不小于30mm，采样器容量应足够大，子样不会充满采样器。采出的子样应没有不适当的物理损失。采样时，使采样斗沿煤流长度或厚度方向一次通过煤流截取一个子样。为安全和方便，可将采样斗置于一支架上，并可沿支架横杆从左至右（或相反）或从前至后（或相反）移动采样。

7.1.2.1 系统采样

7.1.2.1.1 子样分布

初级子样应均匀分布于整个采样单元中。子样按预先设定的时间间隔（时间基采样）或质量间隔（质量基采样）采取，第1个子样在第1个时间/质量间隔内随机采取，其余子样按相等的时间/质量间隔采取。在整个采样过程中，采样器横过煤流的速度应保持恒定。如果预先计算的子样数已采够，但该采样单元煤尚未流完，则应以相同的时间/质量间隔继续采样，直至煤流结束。

为保证实际采取的子样数不少于规定的最少子样数，实际子样时间/质量间隔应等于或小于计算的子样间隔。

7.1.2.1.2 子样间隔

如下确定系统采样时的子样间隔：

a) 时间基采样

采取子样的时间间隔 Δt (min) 按式 (12) 计算：

$$\Delta t \leq \frac{60m_{s1}}{G_n} \quad (12)$$

式中：

m_{s1} ——采样单元煤量，单位为吨 (t)；

G ——煤最大流量，单位为吨每小时 (t/h)；

n——总样的初级子样数目。

b) 质量基采样

采取子样的质量间隔 $\Delta m(t)$ 按式 (13) 计算:

$$\Delta m \leq \frac{m_{sl}}{n} \quad (13)$$

式中:

m_{sl} ——采样单元煤量, 单位为吨 (t);

n——总样的初级子样数目。

7.1.2.1.3 子样质量

子样质量与煤的流量成正比。初级子样质量应大于式 (10) 计算值。

7.1.2.2 分层随机采样

7.1.2.2.1 概述

采样过程中煤的品质可能会发生周期性的变化, 应避免其变化周期与子样采取周期重合, 否则将会带来不可接受的采样偏倚。为此可采用分层随机采样方法。

分层随机采样不是以相等的时间或质量间隔采取子样, 而是在预先划分的时间或质量间隔内以随机时间或质量采取子样。

分层随机采样中, 两个分属于不同的时间或质量间隔的子样很可能非常靠近, 因此初级采样器的卸煤箱应该至少能容纳两个子样。

7.1.2.2.2 子样分布

子样在预先设定的每一时间间隔 (时间基采样) 或质量间隔 (质量基采样) 内随机采取。

7.1.2.2.3 子样间隔

如下确定分层随机采样时的子样间隔:

a) 时间基采样

按式 (12) 计算采样时间间隔。

将每一时间间隔从 0 到该间隔结束的时间 (s 或 min) 划分成若干段, 然后用随机的方法, 如抽签, 决定各个时间间隔内的采样时间段, 并到此时间数时抽取子样。

b) 质量基采样

按式 (13) 计算采样质量间隔。

将每一质量间隔从 0 到该间隔结束的质量 (t) 数划分成若干段, 然后用随机的方法, 如抽签, 决定各个质量间隔内的采样质量段, 并到此质量数时抽取子样。

7.1.3 停皮带采样法

7.1.3.1 概述

有些采样方法趋向于采集过多的大块或小粒度煤, 因此很有可能引入偏倚。最理想的采样方法是停皮带采样法。它是从停止的皮带上取出一全横截段作为一子样, 是唯一能够确保所有颗粒都能采到的、从而不存在偏倚的方法, 是核对其他方法的参比方法。但在大多数常规采样情况下, 停皮带采样操作是不实际的, 故该方法只在偏倚试验时作为参比方法使用。

7.1.3.2 子样采取

停皮带子样在固定位置、用专用采样框采取。采样框有两块平行的边板组成, 板间距离至少为被采样煤标称最大粒度的 3 倍且不小于 30mm, 边板地缘弧度与皮带弧度相近。采样时, 将采样框放在静止皮带的煤流上, 并使两边板与皮带中心线垂直。将边板插入煤流至底缘与皮带接触, 然后将两边板间煤全部收集。阻挡边板插入的煤粒按左取右舍或者相反的方式

处理，即阻挡左边板插入的煤粒收入煤样，阻挡右边板插入的煤粒弃去，或者相反。开始采样怎样取舍，在整个采样过程中也怎样取舍。粘在采样框上的煤应刮入试样中。

7.2 静止煤采样方法

7.2.1 概述

本方法规定的静止煤采样方法适用于火车、汽车、驳船、轮船等载煤和煤堆的采样。

静止煤采样应首先在装/堆煤或卸煤过程中进行，如不具备在装煤或卸煤过程中采样的条件，也可对静止煤直接采样。

直接从静止煤中采样时，应采取全深度试样或不同深度（上、中、下或上、下）的试样；在能够保证运载工具中的煤的品质均匀且无不同品质的煤分层装载时，也可从运载工具顶部采样。

无论用何种方式采样，都应通过偏倚试验，证明其无实质性偏倚。

在火车、汽车和驳船顶部煤采样的情况下，在装车(船)后应立即采样；在经过运输后采样时，应挖坑至0.4m~0.5m采样，取样前应将滚落在坑底的煤块和矸石清除干净。子样应尽可能均匀布置在采样面上，要注意在处理过程（如装卸）中离析导致的大块堆积（例如，在车角或车壁附近的堆积）。

用于人工采样的探管/钻取器或铲子的开口应当至少为煤的标称最大粒度的3倍且不小于30mm，采样器的容量应足够大，采取的子样质量应达到6.2.4.2要求。采样时，采样器应不被试样充满或从中溢出，而且子样应一次采出，多不扔，少不补。

采取子样时，探管/钻取器或铲子应从采样表面垂直（或成一定倾角）

插入。采取子样时不应有意地将大块物料（煤或矸石）推到一旁。

采样单元数、子样数、子样最小质量及总样的最小质量规定见 6.2.3 和 6.2.4

7.2.2 子样分布

7.2.2.1 子样分布方法

7.2.2.1.1 系统采样法

将采样车厢 / 驳船表面分成若干面积相等的小块并编号, 然后依次轮流从各车 / 船的各个小块中部采取 1 个子样, 第一个子样从第一车 / 船的小块中随机采取, 其余子样顺序从后继车 / 船中轮流采取。

7.2.2.1.2 随机采样法

将采样车厢 / 驳船表面划分成若干小块并编号。制作数量与小块数相等的牌子并编号, 一个牌子对应于一个小块。将牌子放入一个袋子中。

决定第 1 个采样车 / 船的子样位置时, 从袋中取出数量与需从该车 / 船采取的子样数相等的牌子, 并从与牌号相应的小块中采取子样, 然后将抽出的牌子放入另一个袋子中; 决定第 2 个采样车 / 船的子样位置时, 从原袋剩余的牌子中, 抽取数量与需从该车 / 船采取的子样数相等的牌子, 并从与牌号相应的小块中采取子样。以同样的方法, 决定其他各车 / 船的子样位置。当原袋中牌子取完时, 反过来从另一袋子中抽取牌子, 再放回原袋。如是交替, 直到采样完毕。

以上抽号操作也可在实际采样前完成, 记下需采样的车 / 船号及其子样位置。实际采样时按记录的车 / 船及其子样位置采取子样。

7.2.2.2 火车（驳船）采样

7.2.2.2.1 车厢的选择

当要求的子样数等于或少于一采样单元的车厢数时,每一车厢应采取一个子样;当要求的子样数多于一采样单元的车厢数时,每一车厢应采的子样数等于总子样数除以车厢数,如除后有余数,则余数子样应分布于整个采样单元。分布余数子样的车厢可用系统方法选择(如每隔若干车增采一个子样)或用随机方法选择(参见7.2.2.1.2)。

7.2.2.2.2 子样位置选择

子样位置应逐个车厢不同,以使车厢各部分的煤都有相同的机会被采出。常用的方法如下:

a) 系统采样法:本法仅适用于每车采取的子样相等的情况。将车厢分成若干个边长为1 m~2 m的小块并编上号(如图1),在每车子样数超过2个时,还要将相继的、数量与欲采子样数相等的号编成一组并编号。如每车采3个子样时,则将1、2、3号编为第一组,4、5、6号编为第二组,依此类推。先用随机方法决定第一个车箱采样点位置或组位置,然后顺着与其相继的点或组的数字顺序、从后继的车箱中依次轮流采取子样;

b) 随机采样方法:将车厢分成若干个边长为1 m~2 m的小块并编上号(一般为15块或18块,图1为18块示例),然后以随机方法依次选择各车箱的采样点位置。

1	4	7	10	13	16
2	5	8	11	14	17
3	6	9	12	15	18

图1 火车采样子样分布示意图

7.2.2.3 汽车和其他小型运载工具采样

7.2.2.3.1 车厢的选择

如下选择车厢：

a) 载重 20 t 以上的汽车，按火车采样方法选择车厢；

b) 载重 20 t 以下的汽车，按下述方法选择车厢：当要求的子样数等于一采样单元的车厢数时，每一车厢采取一个子样；当要求的子样数多于一采样单元车厢数时，每一车厢的子样数等于总子样数除以车厢数，如除后有余数，则余数子样应分布于整个采样单元。分布余数子样的车厢可用系统方法或随机方法选择；当要求的子样数少于车厢数时，应将整个采样单元均匀分成若干段，然后用系统采样或随机采样方法，从每一段采取 1 个或数个子样。

7.2.2.3.2 子样位置选择

子样位置选择与火车采样原则相同。

7.2.2.4 轮船采样

由于技术和安全的原因，不推荐直接从轮船的船舱采样。轮船采样应该在装船或卸船时，在其装（卸）的煤流中或小型运输工具上进行。

7.2.2.5 煤堆采样

7.2.2.5.1 概述

煤堆的采样应当在堆堆或卸堆过程中，或在迁移煤堆过程中，以下列方式采取子样：于皮带输送煤流上、小型运输工具如汽车上、堆 / 卸过程中的各层新工作表面上、斗式装载机卸下的煤上以及刚卸下并未与主堆合并的小煤堆上采取子样。不要直接在静止的、高度超过 2 m 的大煤堆上采样。当必须从静止大煤堆表面采样时，也可以使用 7.2.2.5.2 a) 所述程序，但其结果极可能存在较大的偏倚，且精密度较差。从静止大煤堆上，

不能采取仲裁煤样。

7.2.2.5.2 子样点布置

如下进行子样点布置：

a) 在堆 / 卸煤新工作面、刚卸下的小煤堆采样时，根据煤堆的形状和大小，将工作面或煤堆表面划分成若干区，再将区分成若干面积相等的小块（煤堆底部的小块应距地面 0.5m），然后用系统采样法或随机采样法决定采样区和每区采样点（小块）的位置从每一小块采取 1 个全深度或深部或顶部煤样，在非新工作面情况下，采样时应先除去 0.2m 的表面层；

b) 在斗式装载机卸下煤中采样时，将煤样卸在一干净表面上然后按 a) 法采取子样。

8 间断采样方法

当经常对同一煤源、品质稳定的大批量煤进行采样时，可用间断采样方法。采用间断采样方法时应事先征得有关方同意。

9 各种煤样的采取

煤炭分析用煤样有一般分析用试样（用于煤的一般物理、化学特性测定的试样），全水分试样（专门用于全水分测定的试样），共用试样（为了多种用途，如全水分和一般物理、化学特性测定而采取的试样），物理试样（专门为特种物理特性，如物理强度指数或粒度分析而采取的试样）。

用于全水分测定的样品可以单独采取，也可以从共用试样中抽取。在从共用试样中分取水分试样的情况下，采取的初级子样数目应当是灰分或水分所需要的数目中较大的那个数目，如果在取出水分试样后，剩余试样不够其余测试所需要的质量，则应增加子样数目至总样质量满足要求。在

必要的情况下（如煤非常湿），可单独采取水分试样。在单独采取水分试样时，应考虑以下几点：

a) 煤在贮存中由于泄水而逐渐失去水分；

b) 如果批煤中存在游离水，它将沉到底部，因此随着煤深度的增加，水分含量也逐渐增加；

c) 如在长时间内从若干批中采取水分试样，则有必要限制试样放置时间。因此，最好的方法是在限制时间内从不同水分水平的各个采样单元中采取子样。

煤样的制备方法

1 执行国标代号：GB 474——2008

2 适用范围

本方法规定了煤样制备的术语和定义，试样的构成、破碎、混合、缩分和空气干燥，各种煤样的制备及存查煤样。

本方法适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

3 术语和定义：GB 475 规定的术语及定义和以下术语及定义适用于本方法。

3.1 制样：使煤样达到分析或试验状态的过程。

3.2 试样缩分：将试样分成有代表性、分离的部分的制样过程。

3.3 定质量缩分：保留的试样质量一定、并与被缩分试样质量无关的缩

分方法。

3.4 定比缩分：以一定的缩分比、即保留的试样量和被缩分的试样量成一定比例的缩分方法。

3.5 切割样：初级采样器或试样缩分器切取的子样。

3.6 切割器：切取子样的设备。

3.7 试样破碎：用破碎或研磨的方法减小试样粒度的制样过程。

3.8 空气干燥：使试样的水分与其破碎或缩分区域的大气达到接近平衡的过程。

3.9 空气干燥状态：煤样在空气中连续干燥 1 h 后，煤样的质量变化不超过 0.1% 时，煤样达到空气干燥状态。

4 制样总则和制样精密度

4.1 制样总则

4.1.1 试样制备的目的是通过破碎、混合、缩分和干燥等步骤将采集的煤样制备成能代表原来煤样特性的分析（试验）用煤样。

4.1.2 在下列情况下应对制样程序和设备进行精密度核验和偏倚试验：

- a) 首次采用或改变制样程序时；
- b) 新的缩分机和制样系统投入使用时；
- c) 对制样精密度产生怀疑时；
- d) 其他认为须检验制样精密度时。

4.1.3 制样应在专门的制样室中进行。制样中应避免样品污染，每次制样后应将制样设备清扫干净，制样人员在制备煤样的过程中，应穿专用鞋。

对不易清扫的密封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，可用被采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。

4.2 试样制备精密度

在连续采样下，一批煤的测定结果的精密度估算（绝对）值 P_L 在 95% 的置信概率见式(1)：

$$P_L = 2\sqrt{\frac{V_1 + V_{PT}}{n}} \quad (1)$$

式中：

P_L ——采样、制样和化验总精密度；

V_1 ——初级子样方差；

V_{PT} ——制样和化验方差；

n ——每一采样单元子样数；

m ——采样单元数。

制样和化验误差几乎全产生于缩分和从分析煤样中抽取少量煤样的过程中。影响制样精密度的最主要的因素是缩分前煤样的均匀性和缩分后的煤样留量。本方法规定的制样程序可使以灰分或水分表示的制样和化验方差 V_{PT} 达到 0.2 以下，如用机械制样设备，制样和化验精密度可能会更好。

本方法要求的制样和化验总方差目标值为 $0.05 P_L^2$ ；制样和化验各阶段产生的误差（以方差表示），可用 GB/T 19494.3 规定的方法检验。

5 试样的结构

一个试样一般由许多单个子样合并而成：由整个采样单元的全部子样合成，或由一采样单元的一部分子样（分样）合成（见图1）。在某些

情况下，如粒度分析和偏倚试验时，一个子样即构成一个试样。

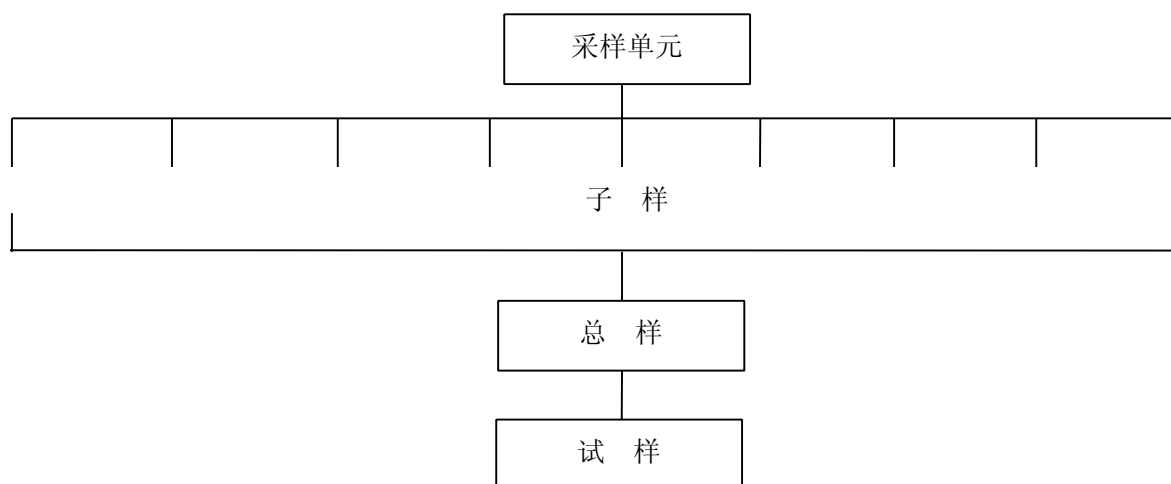


图 1a) 试样的构成 例 1

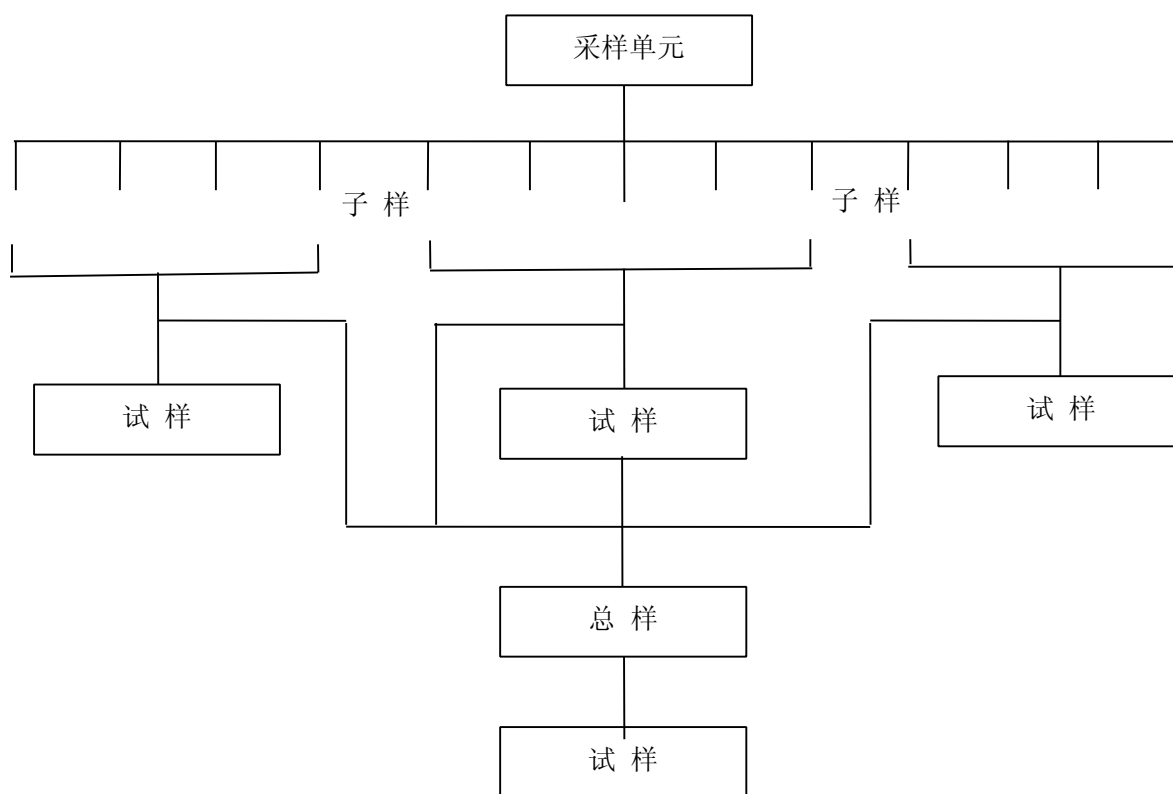


图 1b) 试样的构成 例 2

合并试样时，各独立试样的质量应当正比于各被采煤的质量，使合并后试样的品质参数值为各合并前试样品质参数的加权平均值。

6 缩分

6.1 概述

缩分是制样的最关键的程序，目的在于减少试样量。试样缩分可以用机械方法，也可用人工方法进行。为减小人为误差，应尽量使用机械方法缩分。当试样明显潮湿，不能顺利通过缩分器或沾黏缩分器表面时，应在缩分前进行空气干燥。当机械缩分使试样完整性破坏，如水分损失、粒度离析等时，或煤的粒度过大使得无法使用机械缩分时，应该用人工方法缩分。人工方法本身可能会造成偏倚，特别是当缩分煤量较大时。缩分可在任意阶段进行，缩分后试样的最小质量应满足 6.2 的规定，当一次缩分后的质量大于要求量时，可将缩分后试样用原缩分器或下一个缩分器作进一步缩分。

6.2 缩分后试样的最小质量见表 1。

表 1 缩分后总样最小质量

标称最大粒度 /mm	一般和共用煤样 kg	全水分煤样 /kg	粒度分析煤样/kg	
			精密度 1%	精密度 2%
150	2600	500	6750	1700
100	1025	190	2215	570
80	565	105	1070	275
50	170	35	280	70
25	40	8	36	9
13	15	3	5	1.25
6	3.75	1.25	0.65	0.25
3	0.7	0.65	0.25	0.25
1.0	0.10	—	—	—

表 1 第 2 列所列的一般煤样和共用煤样的缩分后总样最小质量，可使

由于颗粒特性导致的灰分方差减小到 0.01，相当于 0.2% 的灰分精密度。表 1 第 3 列所列的全水分煤样缩分后总样最小质量，约为一般煤样的 20%，但不能少于 0.65 kg。表 1 第 4 和第 5 列所列值都是根据筛上物，（即粒度大于标称最大粒度）的测定精密度计算出来的，对其他粒度组分的精密度一般会优于这些值。在所有情况下，总缩分精密度都取决于每一试样缩分阶段的缩分方差的总和。

在其他制样精密度水平下的缩分后试样最小质量 m_s 可按式(2)计算：

$$m_s = m_{s,0} \left(\frac{0.2}{P_R} \right)^2 \quad (2)$$

式中：

$m_{s,0}$ ——表 1 规定的给定标称最大粒度下的缩分后试样最小质量，单位为千克(kg)；

P_R ——给定缩分阶段要求的精密度。

当制备多种用途煤样时，应全面考虑每种试样的要求质量和粒度组成。

6.3 机械缩分方法

6.3.1 概述

机械缩分器是以切割大量的小质量试样的方式从试样中取出一部分或若干部分。

机械缩分可对未经破碎的单个子样、多个子样或总样进行，也可对破碎到一定粒度的试样进行。缩分可采用定质量缩分或定比缩分方式。

缩分时，各次切割样质量应均匀，为此，供入缩分器的煤流应均匀，切割器开口应固定，供料方式应使煤流的粒度离析减到最小。

为最大限度地减小偏倚，缩分时，第 1 次切割应在第 1 切割间隔内随机进行，对第二和第三缩分器，后一切割器的切割周期不应和前一切割器切割周期重合。

对于定质量缩分，切割间隔应随被缩分煤的质量成比例变化，以使缩分出的试样质量一定。

对于定比缩分，切割间隔应固定，与被缩分煤的质量变化无关，以使缩分出的试样质量与供料质量成正比。

缩分设备应满足以下要求：

- a) 切割器开口尺寸至少应为被切割煤标称最大粒度的 3 倍；
- b) 有足够的容量，能完全保留试样或使其完全通过，试样无损失或溢出；
- c) 不产生实质性偏倚，例如不会选择性地收集（或弃去）颗粒煤或失去水分。必要时应为全封闭式，以防水分损失；
- d) 供料方式应使粒度离析达到最小；
- e) 每一缩分阶段供入设备的煤流应均匀。

缩分机械应通过精密度检验和偏倚试验方可使用，由缩分机械得到的煤样的进一步缩分，应使用二分器。

在下列情况下，应按 GB/T 19494.3 所述方法对缩分机械进行精密度检验和偏倚试验：

- a) 新设计生产时；
- b) 新设备使用前；
- c) 关键部件更换后；
- d) 怀疑精密度不够或有偏倚时。

6.3.2 单个子样的缩分

6.3.2.1 切割数

一个子样的切割数根据以下决定：

a) 对定质量缩分，初级子样的最少切割次数为 4，且同一采样单元的各初级子样的切割数应相等；

b) 对定比缩分，一个平均质量初级子样的最少切割次数为 4；

c) 缩分后的初级子样进一步缩分时，每一切割样至少应再切割 1 次。

单个子样的缩分和再缩分程序如图 2 所示。

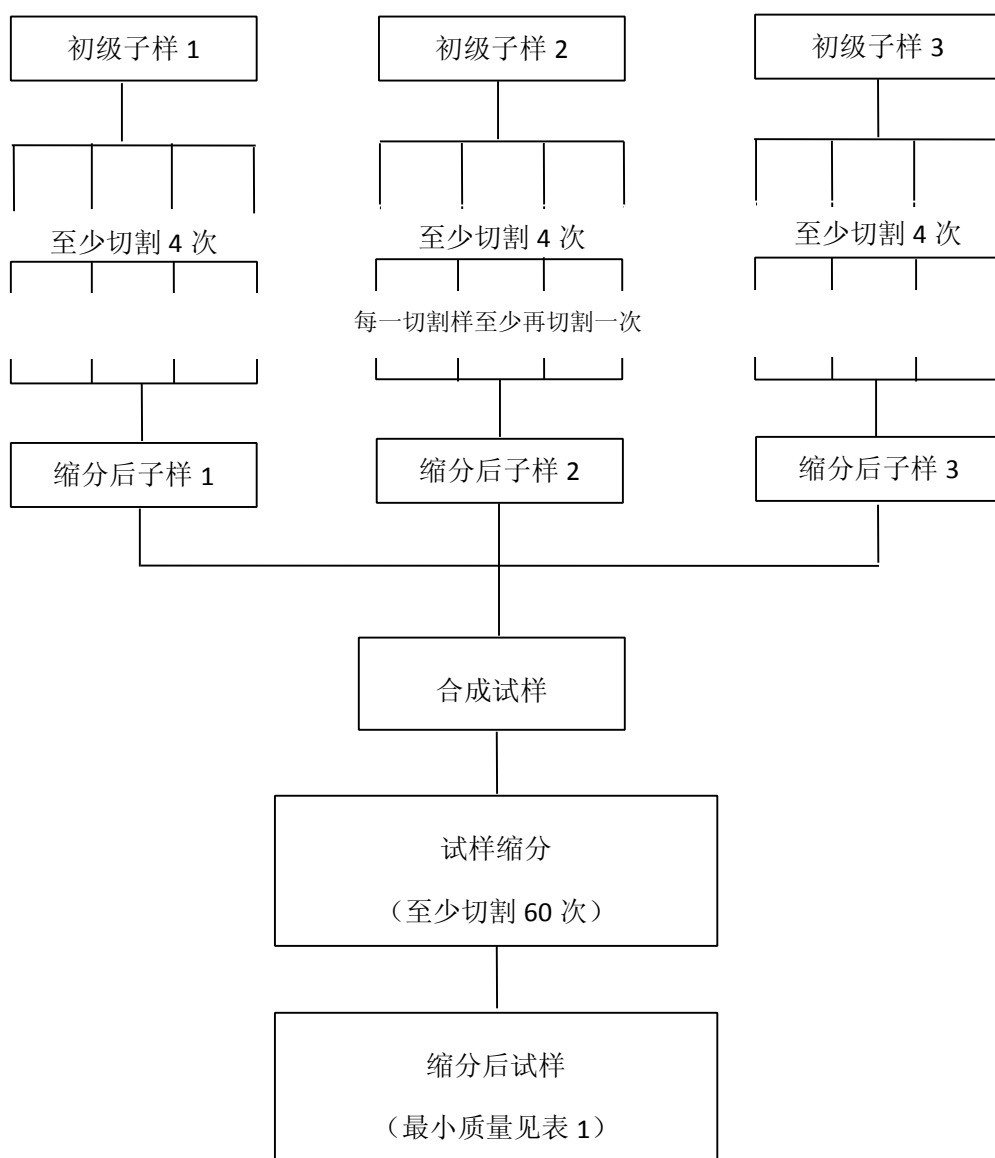


图 2a) 子样和试样缩分程序示例 (一)

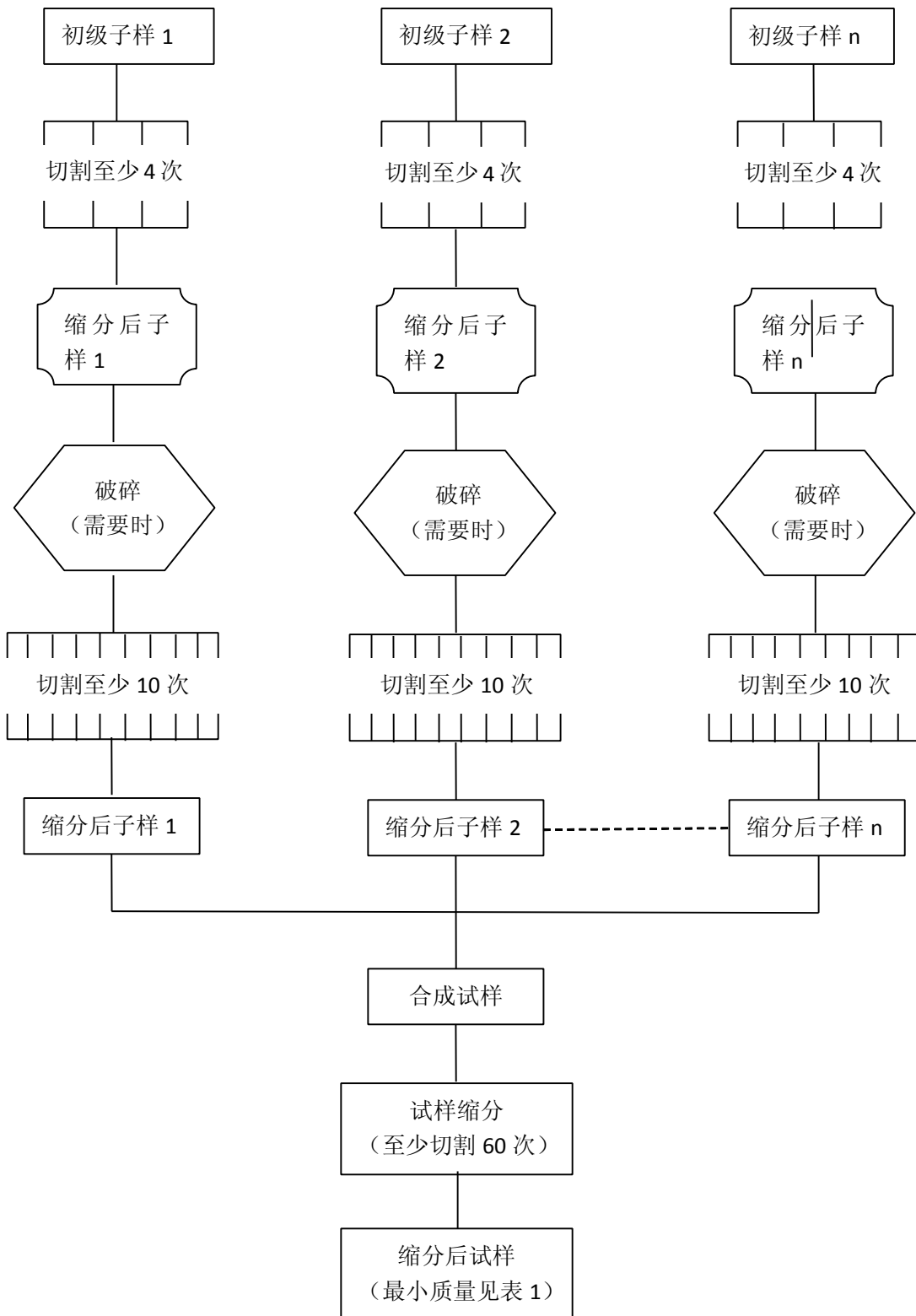


图 2b) 子样和试样缩分程序示例 (二)

6.3.2.2 缩分后子样最小质量

缩分后子样的质量应满足以下要求：每一缩分阶段的全部缩分后子样合并的总样的质量，应不小于表 1 规定的相应采样目的和标称最大粒度下的质量；并且子样的质量满足式(3)的要求；如子样质量太少，不能满足这两个要求，则应将其进一步破碎后再缩分。

$$m_a=0.06d \quad (3)$$

式中：

m_a ——子样质量，单位为千克(kg)；

d ——试样的标称最大粒度，单位为毫米(mm)。

6.3.3 试样的缩分

全部子样或缩分后子样的合成试样缩分的最少切割数为 60 次。缩分后试样的最小质量应满足 6.2 的规定。如试样质量太少，则应改用人工方法缩分。粒度小于 13 mm 的试样应用二分器缩分。

6.4 人工缩分方法

6.4.1 二分器法

二分器是一种简单而有效的缩分器。为防止粉煤和水分损失，接收器与二分器主体应配合严密，最好是封闭式。使用二分器缩分煤样，缩分前可不混合。缩分时，应使试样呈柱状沿二分器长度来回摆动供入格槽。供料要均匀并控制供料速度，勿使试样集中于某一端，勿发生格槽阻塞。当缩分需分几步或几次通过二分器时，各步或各次通过后，应交替地从两侧接收器中收取留样。

6.4.2 棋盘法

棋盘法缩分操作如图 3 所示。

将试样充分混合后，铺成一厚度不大于试样标称最大粒度 3 倍且均匀

的长方块（图 3a）。如试样量大，铺成的长方块大于 $2\text{m} \times 2.5\text{m}$ ，则应铺 2 个或 2 个以上质量相等的长方块，并将各长方块分成 20 个以上的小块（图 3b），再从各小块中部分别取样。

取样应使用平底取样小铲和插板（图 3c）。小铲的开口尺寸至少为试样标称最大粒度的 3 倍，边高应大于试样堆厚度。取样时，先将插板垂直插入试样层至底部，再插入铲至样层底部。将铲向插板方向水平移动至二者合拢，提起取样铲和插板，取出试样（子样）（图 3d）。

为保证缩分精密度和防止水分损失，混合和取样操作要迅速，取样时样品不要撒落，从各小方块中取出的子样量要相等。

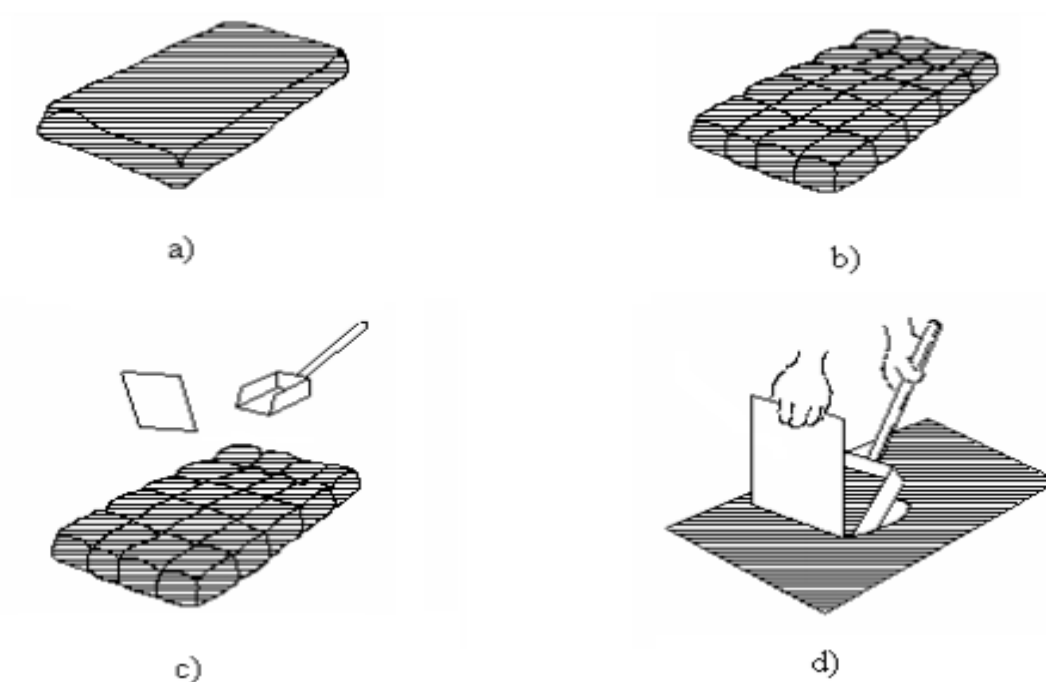


图 3 棋盘缩分法

6.4.3 堆锥四分法

堆锥四分法是一种比较方便的方法，但有粒度离析，操作不当会产生偏倚。

堆锥四分法操作如图 4 所示。

为保证缩分精密度，堆锥时，应将试样一小份、一小份地从样堆顶部撤下，使之从顶到底、从中心到外缘形成有规律的粒度分布，并至少倒堆3次。摊饼时，应从上到下逐渐拍平或摊平成厚度适当的扁平体。分样时，将十字分样板放在扁平体的正中间，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，另两个扇形体留下继续下一步制样。为减少水分损失，操作要快。

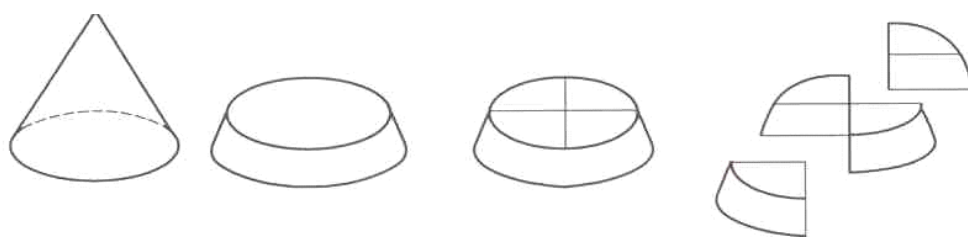


图4 堆锥四分法

6.4.4 九点取样法

本方法仅用于抽取全水分试样。

如图5所示，用堆锥法将试样掺合一次后摊开成厚度不大于标称最大粒度3倍的圆饼状，然后用与棋盘缩分法(6.4.2)类似的取样铲和操作从图5所示的9点中取9个子样，合成一全水分试样。

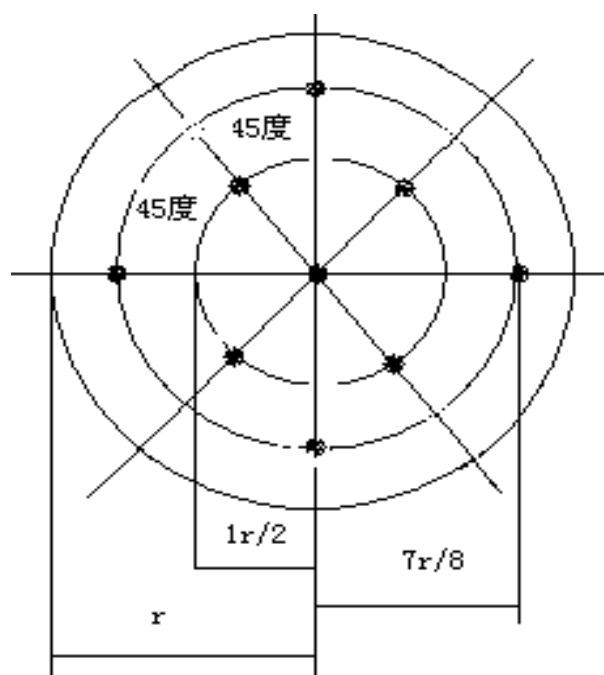


图5 九点取样法

7 破碎

破碎的目的是增加试样颗粒数，减小缩分误差。同样质量的试样，粒度越小，颗粒数越多，缩分误差越小，但破碎耗时间、耗体力、耗能量，而且会产生试样、特别是水分损失。因此，制样时不应将大量大粒度试样一次破碎到试验试样所要求的粒度，而应采用多阶段破碎缩分的方法来逐渐减小粒度和试样量，但缩分阶段也不宜多。

破碎应该用机械设备，但允许用人工方法将大块试样破碎到第1破碎阶段的最大供料粒度。破碎机的出料粒度取决于机械的类型及破碎口尺寸（颚式、对辊式）或速度（锤式、球式）。破碎机要求破碎粒度准确，破碎时试样损失和残留少；用于制备全水分、发热量和粘结性等煤样的破碎机，更要求生热和空气流动程度尽可能小。鉴此，不宜使用圆盘磨和转速大于 950 r/m 的锤碎机和高速球磨机(大于 20 Hz)。制备有粒度范围要求的特殊试验样时应采用逐级破碎法。破碎设备应经常用筛分法来检查其出

料标称最大粒度。

8 混合

混合的目的是使煤样尽可能均匀。从理论上讲，缩分前进行充分混合会减小制样误差，但实际并非完全如此。如在使用机械缩分器时，缩分前的混合对保证缩分精密度没有多大必要，而且混合还会导致水分损失。

一种可行的混合方法，是使试样多次(3次以上)通过二分器或多容器缩分器，每次通过后把试样收集起来，再供入缩分器。在试样制备最后阶段，用机械方法对试样进行混合能提高分样精密度。

9 空气干燥

空气干燥是将煤样铺成均匀的薄层、在环境温度下使之与大气湿度达到平衡。煤层厚度不能超过煤样标称最大粒度的1.5倍或表面负荷为1 g/cm²(哪个厚用哪个)。表2给出了在环境温度小于40℃下，使煤样与大气达到平衡所需的时间。这只是推荐性的，在一般情况下已足够。如果需要的话，可以适当延长，但延长的时间应尽可能短，特别是对易氧化煤。煤样干燥可用温度不超过50℃、带空气循环装置的干燥室或干燥箱进行。但干燥后、称样前应将干燥煤样置于环境温度下冷却并使之与大气湿度达到平衡。冷却时间视干燥温度而定，如在40℃下进行干燥，则一般冷却3小时即足够。但在下列情况下，不应在高于40℃温度下干燥：

- A) 易氧化煤；
- b) 受煤的氧化影响较大的测定指标（如粘结性和膨胀性）用煤样；
- c) 空气干燥作为全水分测定的一部分。

表2 不同环境温度下的干燥时间

环境温度/°C	干燥时间/h
20	不超过 24
30	不超过 6
40	不超过 4

10 各种煤样的制备

10.1 煤样的种类

煤炭分析试验煤样可分为以下几种：

- a) 全水分煤样；
- b) 一般分析试验煤样；
- c) 全水分和一般分析试验共用煤样；
- d) 粒度分析煤样；
- e) 其他试验如哈氏可磨指数测定、二氧化碳化学反应性测定等煤样。

10.2 全水分煤样

10.2.1 制样程序

测定全水分的煤样既可由水分专用煤样制备，也可在共用煤样制备过程中分取。全水分测定煤样应满足 GB/T 211 要求，水分专用煤样的一般制备程序如图 6 所示。

图 6 所示程序仅为示例，实际制样中可根据具体情况予以调整。当试样水分较低而且使用没有实质性偏倚的破碎缩分机械时，可一次破碎到 6 mm。然后用二分器缩分到 1.25 kg；当试样量和粒度过大时，也可在破碎到 13 mm 前，增加一个制样阶段。但各阶段的粒度和缩分后试样质量应符合表 1 要求。

制备完毕的全水分煤样应储存在不吸水、不透气的密封容器中（装样

量不得超过容器容积的 3/4) 并准确称量。煤样制备后应尽快进行全水分测定。

制样设备和程序应根据 GB/T 19494.3 所述进行精密度和偏倚试验，偏倚试验可采取下述方法之一进行：

a) 与未被破碎的煤样的水分测定值进行对比，但本法只适用于粒度在 13 mm 以下的煤样；

b) 与人工多阶段制样——测定程序测定值进行对比(即先空气干燥测定外在水分，再破碎到适当粒度测定内在水分，计算全水分测定值，再进行对比)。但应使用密封式、空气流动小的破碎机和二分器制样。

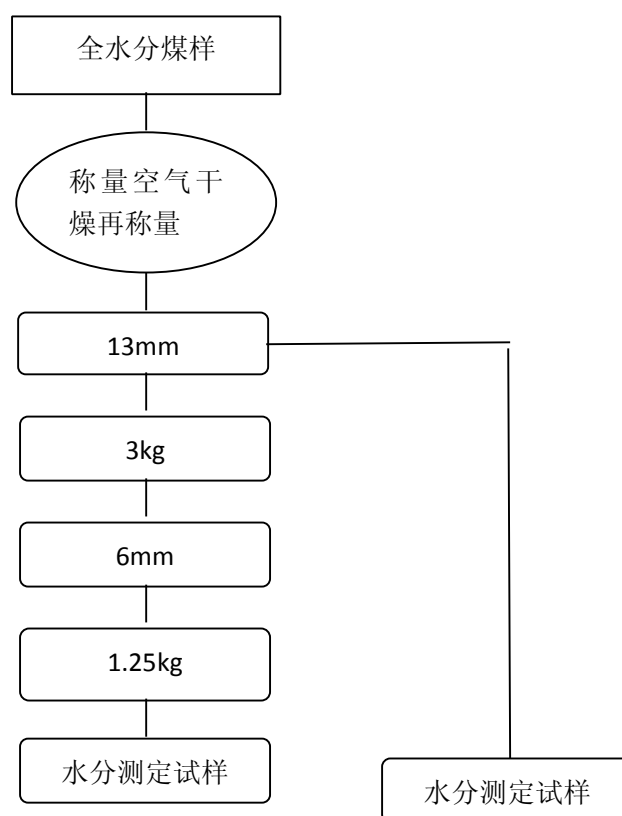


图 6 水分试样制备程序

10.2.2 空气干燥

空气干燥的目的主要是测定外在水分和随后的制样过程中尽可能

减少水分损失。空气干燥一般应在试样破碎和缩分之前进行，在下列情况下可变动空气干燥程序：

a) 煤样水分较低，制样过程中不产生水分实质性偏倚时，可不预先进行空气干燥；

b) 试样量过大，难以全部进行空气干燥时，可先破碎一缩分到一定阶段，再进行空气干燥，但破碎一缩分过程应经检验无实质性偏倚；

c) 试样粒度过大，难以进行空气干燥，可先破碎到一定粒度再干燥，但破碎过程中应不产生实质性偏倚。

当煤样过湿，水分从煤中渗出来或沾到容器上时，应将容器和煤样一块进行空气干燥。空气干燥进行到连续干燥 1h 后，煤样质量变化不超过 0.1% 为止，煤样质量损失作为其外在水分，计入全水分中，计算方法见式 (4)：

$$M_t = X + M \left(1 - \frac{X}{100}\right) \quad (4)$$

式中：

X_____空气干燥时煤样的质量损失率，用质量分数表示，%；

M_____按照 GB/T 211 测定的全水分，用质量分数表示，%；

M_t——校正后的全水分，用质量分数表示，%。

10.2.3 破碎和缩分

破碎应使用不明显生热、机内空气流动很小的设备进行，以免破碎过程中水分损失，除非试验证明破碎不会产生水分实质性偏倚，否则试样在空气干燥前不能破碎。

缩分一般也应在空气干燥以后进行。如在空气干燥之前缩分，则应使

用空气流动很小的缩分机械并快速操作，以最大限度地减小水分变化程度。如果煤样过湿、不能顺利通过缩分机械，则或者将试样先进行空气干燥再缩分，或者用人工棋盘法、九点法进行缩分。

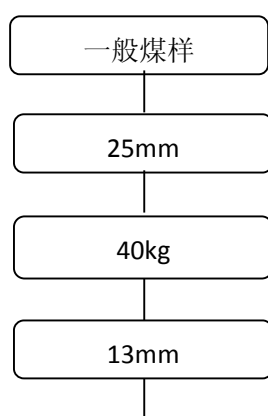
10.2.4 储存

煤样在制备之前、制备之后以及制备过程中的任何中间阶段都应储存在不吸水、不透气的密封容器中并放在阴凉处。当采样过程很长导致试样放置时间太久时，应增加采样单元数，以缩短试样放置时间。试样制完后应储存在不吸水、不透气的密封容器中，并准确称量，以便测定在后续储存和运输过程中的水分变化。

10.3 一般分析试验煤样

10.3.1 制样程序

一般分析试验煤样应满足一般物理化学特性参数测定有关的国家标准要求，一般制备程序如图7所示。一般分析试验煤样制备通常分2~3阶段进行，每阶段由干燥（需要时）、破碎、混合（需要时）和缩分构成。必要时可根据具体情况增加或减少缩分阶段。每阶段的煤样粒度和缩分后煤样质量应符合表1要求。为了减少制样误差，在条件允许下时，应尽量减少缩分阶段。制备好的一般分析试验煤样应装入煤样瓶中，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。



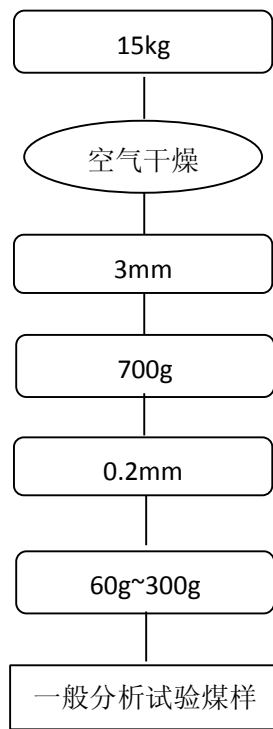


图7 一般分析试验煤样制备程序示例

10.3.2 空气干燥

空气干燥的目的，一是为了使煤样顺利通过破碎和缩分设备，二是为了避免分析试验过程中煤样水分发生变化。空气干燥可在任一制样阶段进行。最后制样阶段前的干燥不要求达到湿度平衡状态。如煤样能顺利通过破碎和缩分设备也可不进行干燥。但最后制样阶段的空气干燥应达到湿度平衡状态。

10.3.3 破碎和缩分

破碎应使用机械方法，如煤样原始粒度太大，则允许使用人工方法将大块破碎到破碎机最大供料粒度以下。（一般来说，在可能情况下，最好在第一阶段就将煤样破碎到3mm以下，以减少下一阶段的留样量，同时最大限度地减少缩分误；但当煤样粒度太大或水分太高时，可在3mm以前增加一制样阶段）。缩分应使用机械方法，如用人工方法，则粒度小于13mm时，最好使用二分器。如用棋盘法，则至少取20个子样。粒度小于3mm

的煤样（质量符合表 1 规定），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 用于制备一般分析试验煤样。在粉碎成粒度小于 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，在煤样达到空气干燥状态后，装入煤样瓶中。

10.4 共用煤样

10.4.1 制样程序

在多数情况下，为方便起见，采样时都同时采取全水分测定和一般分析试验用的共用煤样。制备共用煤样时，应同时满足 GB/T 211 和一般分析试验项目国家标准的要求，其制备程序如图 8 所示。

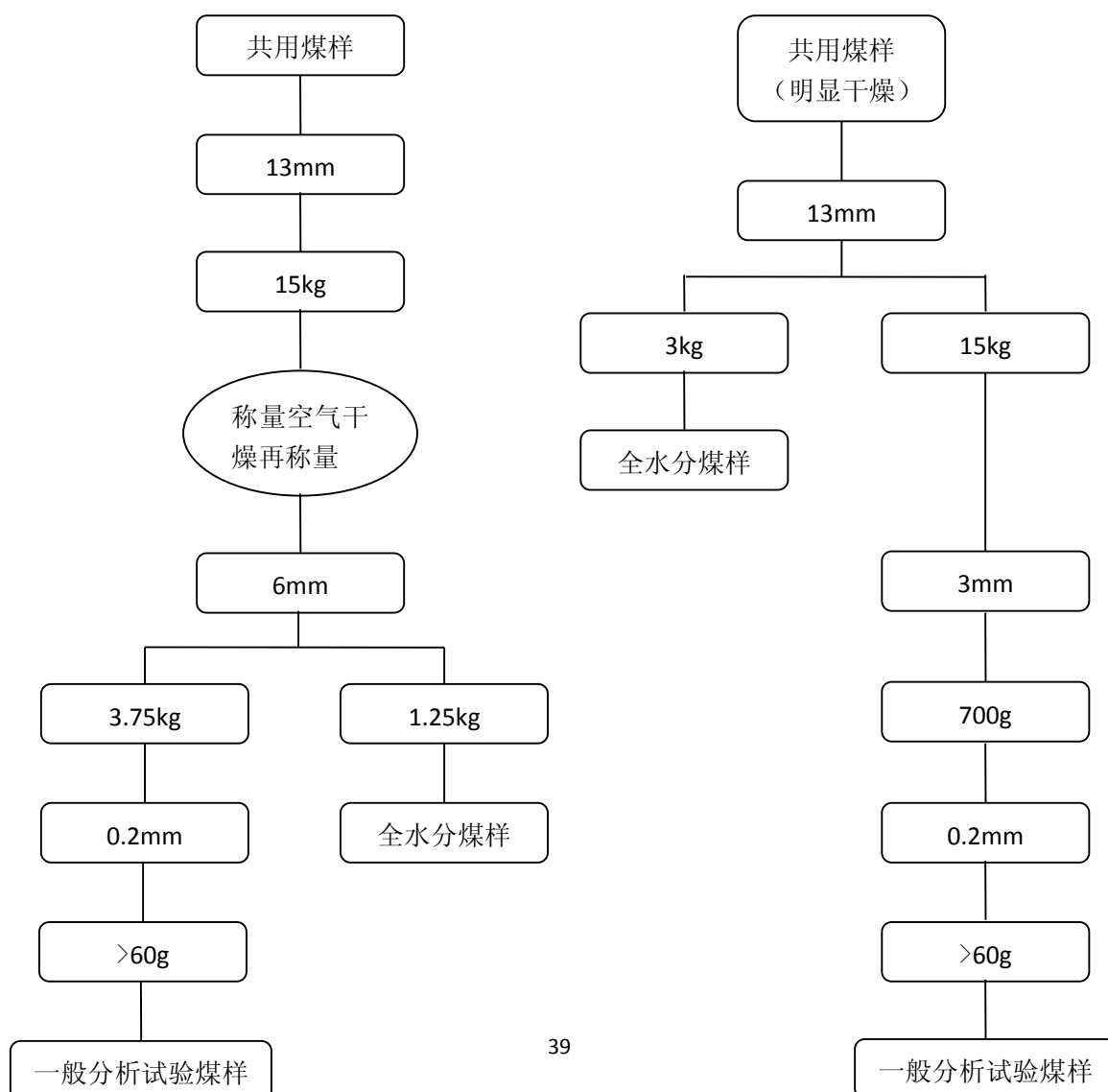


图 8 由共用煤样制备全水分和一般分析试验煤样程序

全水分煤样最好用机械方法从共用煤样中分取；当水分过大而又不可能对整个煤样进行空气干燥时，可用人工方法分取。抽取全水分煤样后的留样用以制备一般分析试验煤样，**但如用九点法抽取全水分煤样，则应先将之分成两部分（每份煤样量应满足表 1 要求），一部分制全水分煤样，另一部分制一般分析试验煤样。**

10.4.2 机械缩分法采取全水分煤样

理论上讲全水分煤样可以在任一制样阶段抽取，但为防止水分损失，水分煤样应尽可能早抽取。在抽样前煤样应按 10.2 所述进行处理。如在抽样前进行了空气干燥，则应测量水分损失并计入全水分。

10.4.3 人工方法抽取全水分煤样

水分煤样可用棋盘法、二分器法和九点法采取。为避免水分损失，空气干燥前应尽量少对煤样进行处理，空气干燥后煤样的处理应按 10.2 所述进行。**采取全水分后余下的煤样，除九点法取样后的余样外，可用以制备一般分析试验煤样。**

11 其他试样的制备

11.1 空气干燥基煤样的制备

例常分析煤样的粒度为小于 0.2mm。它即可从按标准规定的制样程序中制备到小于 1mm 的不少于 700g 的煤样中经多次缩分出的不少于 100g 的煤样来磨制；也可直接从按标准规定的程序制备到不少于 700g 3mm 以下的煤样中缩分出 100g 来磨制，但这不少于 700g 的 3mm 以下的煤样必须全部通过 3mm 圆孔筛，并且使用二分器缩分。

11.2 粘结指数测定煤样的制备

试验煤样按GB474制备成粒度小于0.2mm的空气干燥煤样，其中0.1~0.2mm的煤粒占全部煤样的20%~35%，煤样在试验前先混合均匀。在制备过程中应注意以下几点：

a) 最好温度设置在 $\leq 40^{\circ}\text{C}$ （如有特殊情况可适当提高温度，但不能超过 105°C ，烘烤煤样时，不能将煤样放在干燥箱最底层及贴近加热元件。

b) 烘烤煤样时应将煤样均匀摊薄，并不定时翻动，以缩短干燥时间。如有大型干燥箱，可分装在各盘内进行干燥。

c) 煤样使用对辊破碎机逐级破碎，若未用对辊破碎机逐级破碎，在制样时必须小心，最好用逐级破碎的方法，尽量减少小于0.1mm粒度级的比例，将0.1~0.2mm粒度级的比例控制在20%~35%。

d) 在用制样粉碎机磨样时，应采用短暂打磨（为了粒度组成满足煤样要求），然后取出煤样过筛，筛上物应继续粉磨，直到达到要求的粒度为止（粒度小于0.2mm的空气干燥煤样，其中0.1~0.2mm的煤粒占全部煤样的20%~35%。粒度组成偏细，结果有偏高的趋势，反之粒度组成偏粗结果有偏低的可能）。

e) 粉磨后的煤样应达到空气干燥状态后，才能全部装入磨口瓶中（若未达到空气干燥状态的煤样装入磨口瓶中，做出的结果不稳定）。

11.3 胶质层指数测定煤样的制备

11.3.1 煤样灰分按不同情况处理

a) 用于确定煤炭牌号的煤样，灰分小于10%，不进行减灰；灰分大于10%要进行减灰，即按标准GB474的规定进行；

b) 用于检查洗选精煤质量的煤样不另减灰；

- c) 商品原煤，除确定煤炭牌号外，其煤样不进行减灰；
- e) 对于易泥化的褐煤亦可采用灰分尽量低的原煤煤样而不减灰。

11.3.2 煤样制备时的注意事项

煤样的缩制方法应符合 GB 474 《煤样的制备方法》

a) 温度一般设置在 $\leq 50^{\circ}\text{C}$ ，如有特殊情况可适当提高温度，但不能超过 105°C 。烘烤煤样时，不能将煤样放在干燥箱最底层及贴近加热元件。

b) 烘烤煤样时应将煤样均匀摊薄，并不定时翻动，以缩短干燥时间。如有大型干燥箱，可分装在各盘内进行干燥。

c) 煤样使用对辊破碎机逐级破碎，若未用对辊破碎机逐级破碎，在制样时必须小心，最好用逐级破碎的方法，使煤样全部通过 1.5mm 圆孔筛，但不得过度破碎和过热。

注：煤样只需全部通过 1.5mm 的圆孔筛，不需要再过 0.1mm 和 0.2mm 筛。

d) 为防止煤的氧化对测定结果的影响，煤样应装在磨口玻璃瓶或其他密闭容器中，且放在阴凉处，试验应在制样后不超过半个月完成。

11.3.3 煤样的缩制和样量

从小于3mm的煤样中缩分出不少于0.5kg(单次测定用量为100g)煤样，用孔径为1.5mm的圆孔筛过筛，筛上物用对辊破碎机或手辊破碎至全部通过圆孔筛。

12 存查煤样

存查煤样在原始煤样制备的同时，用相同的程序于一定的制样阶段分取。如无特殊要求，一般可以标称最大粒度为 3 mm 的煤样 700 g 作为存查煤样。存查煤样应尽可能少缩分，缩分到最大可储存量即可；也不要过

多破碎，破碎到从表 1 查到的与最大储存质量相应的标称最大粒度即可。
存查煤样的保存时间可根据需要确定, 已备复查。

煤炭浮沉试验方法（一）

1 执行国标代号

GB/T478——2008

2 适用范围

本方法规定了煤炭浮沉试验的煤样、设备（器具）与仪器、重液配制、试验准备、试验步骤、分析化验项目和结果整理。本方法适用烟煤和无烟煤，褐煤可参照实行。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本方法。

3.1

大浮沉:对粒度大于 0.5 mm 的煤炭进行的浮沉试验。

3.2

小浮沉:对粒度小于 0.5 mm 的煤炭进行的浮沉试验。

4 煤样

4.1 大浮沉

4.1.1 原煤

原煤各粒级煤样最小质量参照表 1 执行。

表 1 给定粒级煤样的最小质量

粒级上限/mm	最小质量/kg	粒级上限/mm	最小质量/kg
300	500	25	15
150	200	13	7.5
100	100	6	4
50	30	3	2

4.1.2 选煤厂产品

4.1.2.1 精煤、中煤和矸石因密度组成分布不均（集中于某些密度级），为保证试验结果的正确和各密度级有足够的分析试样，所需煤样质量应适当增加，增加量一般要大于表 1 给定量的 50%。

4.1.2.2 物料一经流出选别作业，应尽可能快地采样、试验。

4.1.3 选煤厂检查试验

进行选煤厂技术检查时，有些试验项目，例如：快速浮沉，煤样质量可低于表 1 的规定。

5 设备（器具）与仪器

5.1 大浮沉

5.1.1 重液桶：用耐腐蚀材料制成，桶高 500 mm~600 mm，容积不少于 50 L。

5.1.2 网底桶：用耐腐蚀材料制成，圆柱形，桶高比重液桶高 50 mm，直径比重液桶约小 40 mm，上口带有提把，桶底用网孔尺寸为 0.5 mm 的金属丝编织方孔网制成。

5.1.3 密度计：分度值为 0.002 g/cm³。

5.1.4 干燥箱：自控温度，带鼓风机。

5.1.5 电子秤或台（案）秤：最大称量为 500 kg(或 200 kg)、100 kg、

20 kg、10 kg 和 5 kg 的各一台，其感量应符合表 2 的规定。每次过秤的试样质量不应少于最大称量的 1/5。

表 2 称量器具精度

最大称量/kg	总量（最小刻度）/kg
500	0.2
100	0.05
20	0.01
10	0.005
5	0.005

5.1.6 托盘（电子）天平：最大称量为 1 kg，感量 0.001 kg。

5.1.7 捞勺：用金属丝编织成网孔为 0.5 mm 的方孔制成。

5.1.8 盘子：用耐腐蚀、耐热材料制成。

5.1.9 煤泥桶：规格与重液桶相同。

6 试验准备

6.1 大浮沉

6.1.1 配制重液

6.1.1.1 一般选用氯化锌为浮沉介质，氯化锌易溶于水。密度范围通常应包括 $1.30\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.40\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.50\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.60\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.70\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.80\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.90\text{g}/\text{cm}^3$ 和 $2.00\text{g}/\text{cm}^3$ 。必要时可增加小于 $1.30\text{g}/\text{cm}^3$ 和大于 $2.00\text{g}/\text{cm}^3$ 的密度级或增减某些密度级（例如增加 $1.25\text{g}/\text{cm}^3$ 、 $1.35\text{g}/\text{cm}^3$ 等密度）。

6.1.1.2 高密度氯化锌重液 ($>1.80\text{g}/\text{cm}^3$) 粘度大，容易发生沉淀，影响浮沉分离效果。此时可选用其他类型的无机高密度重液（无毒、无味

易溶于水)。

6.1.1.4 氯化锌有腐蚀性,在配制重液和进行试验时要避免与皮肤接触,穿胶鞋,戴口罩、胶皮手套、眼镜和围胶皮围裙等。

7 试验步骤

7.1 大浮沉(以氯化锌为例)

7.1.1 将配好的重液装入重液桶中,并按密度大小顺序排好,每个桶中重液面不低于 350 mm,最低一个密度的重液应另备一桶,作为每次试验时的缓冲液使用。

7.1.2 浮沉试验顺序一般是从低密度逐级向高密度进行,如果煤样中含有易泥化的矽石或高密度物含量多时,可先在最高的密度液内浮沉,捞出的浮物仍按由低密度到高密度顺序进行浮沉。

7.1.3 当试样中含有大量中间密度的物料时,可先将煤样放入中间密度的介质中大致均匀的分开,再接 7.1.2 进行试验。

7.1.4 浮沉试验之前先将煤样称量,放入网底桶内,每次放入的煤样厚度一般不超过 100mm。用水洗净附着在煤块上的煤泥,滤去洗水再进行浮沉试验。收集同一粒级冲洗出的煤泥水,用澄清法或过滤法回收煤泥,然后干燥称量,此煤泥通常称为浮沉煤泥。

7.1.5 进行浮沉试验时,先将盛有煤样的网底桶在最低一个密度的缓冲液内浸润一下(同理,如先浮沉高密度物,也应在该密度的缓冲液内浸润一下),然后提起斜放在桶边上,滤尽重液,再放入浮沉用的最低密度的重液桶内,用木棒轻轻搅动或将网底桶缓缓地上下移动,然后使其静止分层。分层时间不少于下列规定:

- a) 粒度大于 25 mm 时,分层时间为 1 min~2 min;

b) 最小粒度为 3 mm 时, 分层时间为 2 min~3 min;

c) 最小粒度为 0.5 mm~1 mm 时, 分层时间为 3 min~5 min。

7.1.6 小心地用捞勺按一定方向捞取浮物, 捞取深度不得超过 100mm。

捞取时应注意勿使沉物搅起混入浮物中。待大部分浮物捞出后, 再用木棒搅动沉物, 然后仍用上述方法捞取浮物, 反复操作直到捞尽为止。

7.1.7 把装有沉物的网底桶慢慢提起, 斜放在桶边上, 滤尽重液, 再把它放入下一个密度的重液桶中。用同样方法逐次按密度顺序进行, 直到该粒级煤样全部做完为止, 最后将沉物倒入盘中。在试验中应注意回收氯化锌溶液。

7.1.8 在整个试验过程中应随时调整重液的密度, 保证密度值的准确。

7.1.9 各密度级产物应分别滤去重液, 用水冲净产物上残存的氯化锌(最好用热水冲洗), 然后在低于 50℃ 温度下进行干燥, 达到空气干燥状态再称量。

8 分析化验和结果整理

8.1 大浮沉

8.1.1 各密度级产物和煤泥应分别缩制成分析煤样, 测定其灰分(Ad)和水分(Mad), 根据要求, 确定是否测定硫分或增减其他分析化验项目。

8.1.2 各密度级产物的产率和灰分用百分数表示, 取到小数点后两位。

8.1.3 当一个或两个相邻密度级产率很小时, 可将数据合并处理。

8.1.4 为保证试验的准确性, 试验结果要满足浮沉试验前空气干燥状态的煤样质量与浮沉试验后各密度级产物的空气干燥状态质量之和的差值, 不应超过浮沉试验前煤样质量的 2%, 并用浮沉试验前煤样灰分与浮沉试验后各密度级产物灰分的加权平均值的差值进行验证, 否则应重新进行浮

沉试验。

8.1.4.1 煤样中最大粒度大于或等于 25 mm。

煤样灰分小于 20%时，相对差值不应超过 10%，即：

$$\left| \frac{Ad - \overline{Ad}}{Ad} \right| \times 100\% \leq 10\%$$

煤样灰分大于或等于 20%时，绝对差值不应超过 2%，即：

$$|Ad - \overline{Ad}| \leq 2\%$$

8.1.4.2 煤样中最大粒度小于 25 mm。

煤样灰分小于 15%时，相对差值不应超过 10%，即：

$$\left| \frac{Ad - \overline{Ad}}{Ad} \right| \times 100\% \leq 10\%$$

煤样灰分大于或等于 15%时，绝对差值不应超过 1.5%，即：

$$|Ad - \overline{Ad}| \leq 1.5\%$$

式中：

Ad——浮沉试验前煤样的灰分，%；

\overline{Ad} ——浮沉试验后各密度级产物的加权平均灰分，%。

煤炭浮沉试验方法（二）

1 执行标准代号：GB478

2 适用范围：进厂、入洗原煤及洗选后产品

3 试验步骤

3.1 密度计（分度值为 0.02kg/L）校验重液的密度。

3.2 把浮沉试验用煤样放在网底桶中脱泥，滤尽水后，将盛有煤样的网底桶在缓冲液中浸润一下，然后提起斜放在桶边，滤尽重液，再放入低密度重液桶中，用木棒轻轻搅动或将网底桶缓缓地上下移动，使煤粒松散静止片刻。

3.3 用捞勺沿同一方向捞取浮物，将浮物放入带有网底的小盘中。捞取浮物的深不得超 100mm，以免搅起沉物。待把大部分浮物捞出后再上下移动网底桶，使夹杂在沉物中的浮物再浮出来，然后仍用上述方法捞取浮物，反复操作直至全部浮物捞尽为止。

3.4 将装有沉物的网底桶慢慢提起，斜放在桶边上滤尽重液，再把它放入高密度重液桶中，重复在低密度重液桶中的操作过程。最后将沉物倒入网底盘中。

3.5 滤去两个浮物和高密度重液中沉物所带重液，用水冲洗净表面残存氯化锌后称量。

3.6 选煤产品（产物）浮沉不需脱泥。

3.7 只做一级浮沉时，浮沉前煤样先称量。

4 注意事项

4.1 快速浮沉试验煤样是湿的，因此重液中难免会带入部分水使重液密度变化，所以应经常校验重液的密度。

4.2 选煤产品（产物）进行快速浮沉前不需要脱泥，因此重液中难免会带入一些小于 0.5mm 的煤泥，-0.5mm 的煤泥在重液中会改变重液密度，因此要经常清除重液桶中 0.5mm 的煤泥。

4.3 快速浮沉试验全过程中要注意氯化锌溶液的回收。要注意人身防护，以免腐蚀皮肤或伤害眼睛。

4.4 煤样称量是在湿的状态下进行的，因此要将水分控干净，以免影响试验结果。

5 结果整理

5.1 以浮沉后三个密度级产物质量之和作为 100%，分别计算各密度级产物的产率，公式如下：

$$-1.4\% = \frac{G_1}{(G_1 + G_2 + G_3)} \times 100 \quad (1)$$

$$1.4\% \sim 1.8\% = \frac{G_2}{(G_1 + G_2 + G_3)} \times 100 \quad (2)$$

$$+1.8\% = \frac{G_3}{(G_1 + G_2 + G_3)} \times 100 \quad (3)$$

式中：

G_1 ——浮后 -1.4% 质量，单位为克 (g)；

G_2 ——浮后 1.4%~1.8% 质量，单位为克 (g)；

G_3 ——浮后 +1.8% 质量，单位为克 (g)。

5.2 将浮沉前质量以一固定全水进行换算（暂定全水分为 10%），换算成与浮沉后质量相近的含水质量，记为 G' ，减浮沉后的三级质量之和，除以换算后的浮沉前质量，计算出煤泥的产率：

$$G' = G \times \frac{100 + (10 - Mt)}{100} \quad (4)$$

$$-0.5\text{mm}\% = 100 \times \frac{(G' - G)}{G'} \quad (5)$$

式中：

G' ——换算成与浮沉后质量相近的含水质量，单位为克 (g)；

G ——浮沉前试样质量，单位为克 (g)。

5.3 只做一级浮沉时，以浮沉前煤样质量作为 100%，计算浮起物的产率。

5.4 根据数值修约规则，将各密度级产物的产率修约到小数点后1位。

煤中全水分测定方法的操作规程

1 执行国标代号：GB/T211——2007

2 适用范围

本方法规定了测定煤中全水分的试剂、仪器设备、操作步骤、结果计算及精密度。

在氮气流中干燥的方式（方法 A1 和方法 B1）适用于所有煤种；在空气流中干燥的方式（方法 A2 和方法 B2）适用于烟煤和无烟煤；微波干燥法（方法 C）适用于烟煤和褐煤。

以方法 A1 作为仲裁方法。

3 方法提要

方法 B2：在空气流中干燥

称取一定量的粒度 $<13\text{mm}$ （或 $<6\text{mm}$ ）的煤样，于 $(105\sim 110)^\circ\text{C}$ 下，在空气流中干燥到质量恒定。根据煤样干燥后的质量损失计算出全水分。

4 试剂

4.1 变色硅胶

4.2 无水氯化钙

5 仪器设备（方法 B2）

5.1 空气干燥箱：带有自动控温和鼓风装置，能控制温度在 $(30\sim 40)$

℃和（105~110）℃范围内。

5.2 浅盘：由镀锌铁板或铝板等耐热、耐腐蚀材料制成，其规格应能容纳 500g 煤样，且单位面积负荷不超过 $1\text{g}/\text{cm}^2$ 。

5.3 玻璃称量瓶：直径 70mm，高（35~40）mm，并带有严密的磨口盖。

5.4 分析天平和电子天平：感量 0.001g。

5.5 工业天平：感量 0.1g。

5.6 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

6 样品

6.1 粒度 $<13\text{mm}$ 的全水分煤样，煤样不少于 3kg；粒度 $<6\text{mm}$ 的煤样，煤样不少于 1.25kg。

6.2 在测定全水分之前，应首先检查煤样容器的密封情况。然后将其表面擦拭干净。

6.3 称取煤样之前，应将密封容器中的煤样充分混合至少 1min。

7 测定步骤

7.1 方法 B2（空气干燥法）

7.2 粒度 $<13\text{mm}$ 煤样的全水分测定

7.2.1 在预先干燥和已称量过的浅盘内迅速称取粒度 $<13\text{mm}$ 的煤样（ 500 ± 10 ）g，（称准至 0.1g），平摊在浅盘中。

7.2.2 将浅盘放入预先加热到（105~110）℃的空气干燥箱中，在鼓风条件下，烟煤干燥 2h，褐煤和无烟煤干燥 3h。

7.2.3 将浅盘取出，趁热称量（称准至 0.1g）。

7.2.4 进行检查性干燥，每次 30min，直到连续两次干燥煤样的质量减少不超过 0.5g 或质量增加时为止，在后一种情况下，采用质量增加前一

次的质量作为计算依据。

7.3 粒度<6mm 煤样的全水分测定

7.3.1 在预先干燥和已称量过的称量瓶内迅速称取粒度<6mm 的煤样 (10~12) g (称准至 0.001g), 平摊在称量瓶中。

7.3.2 打开称量瓶盖, 放入预先干燥并已加热到 (105~110) °C 的空气干燥箱中, 烟煤干燥 2h, 褐煤和无烟煤干燥 3h。

7.3.3 从干燥箱中取出称量瓶, 立即盖上盖, 在空气中放置约 5min, 然后放入干燥器中, 冷却到室温 (约 20min), 称量 (称准至 0.001g)。

7.3.4 进行检查性干燥, 每次 30min, 直到连续两次干燥煤样的质量减少不超过 0.01g 或质量增加时为止。在后一种情况下, 采用质量增加前一次的质量作为计算依据。

7.4 结果计算

按式 (1) 计算煤中全水分:

$$M_t = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中:

M_t ——煤样的全水分, 用质量分数表示, %;

m ——称取的煤样质量, 单位为克 (g);

m_1 ——煤样干燥后的质量损失, 单位为克 (g)。

8 方法的精密度

全水分测定的重复性限如表 1 规定。

表 1 煤中全水分测定结果的精密度

全水分 (M_t) /%	重复性限/%
------------------	--------

<10	0.4
≥10	0.5

煤的工业分析方法的操作规程

1 执行国标代号：GB/T212——2008

2 适用范围

本方法规定了煤和水煤浆的水分、灰分和挥发分的测定方法和固定碳的计算方法。本方法适用于褐煤、烟煤、无烟煤和水煤浆。

3 水分的测定

本方法规定了三种煤中水分的测定方法。其中方法A适用于所有煤种，方法B仅适用于烟煤和无烟煤，方法C（微波干燥法）仅适用于褐煤和烟煤水分的快速测定。

在仲裁分析中遇到有用一般分析试验煤样水分进行校正以及基的换算时，应用方法A测定一般分析试验煤样的水分。

3.1 方法B(空气干燥法)

3.1.1 方法提要

称取一定量的一般分析试验煤样，置于（105~110）℃鼓风干燥箱内，于空气流中干燥到质量恒定。根据煤样的质量损失计算出水分的质量分数。

3.2 仪器、设备

3.2.1 鼓风干燥箱：带有自动控温装置，能保持温度在（105~110）℃范围内。

3.2.2 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

3.2.3 玻璃称量瓶：直径40mm，高25mm，并带有严密的磨口盖。

3.2.4 分析天平和电子天平：感量0.1mg。

3.3 操作步骤

3.3.1 在预先干燥并已称量过的称量瓶内称取粒度小于0.2mm的一般分析试验煤样（1±0.1）g，称准至0.0002g，平摊在称量瓶中。

3.3.2 打开称量瓶盖，放入预先鼓风并已加热到（105~110）℃的干燥箱中。在一直鼓风的条件下，烟煤干燥1h，无烟煤干燥1.5h。

3.3.3 从干燥箱中取出称量瓶，立即盖上盖，放入干燥器中冷却至室温（约20min）后，称量。

3.3.4 进行检查性干燥，每次30min，直到连续两次干燥煤样的质量减少不超过0.0010g或质量增加时为止。在后一种情况下，采用质量增加前一次的质量为计算依据。水分小于2.00%时，不必进行检查性干燥。

3.4 结果的计算

按式(1)计算一般分析试验煤样的水分：

$$M_{\text{ad}} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中：

M_{ad} ——一般分析试验煤样水分的质量分数，%；

m_1 ——煤样干燥后失去的质量，单位为克（g）；

m ——称取的一般分析试验煤样的质量，单位为克（g）。

3.5 水分测定的精密度

水分测定的精密度如表1规定。

表1 水分测定结果的重复性限

水分质量分数 (M_{ad}) /%	重复性限/%
<5.00	0.20
5.00~10.00	0.30
>10.00	0.40

4 灰分的测定

本方法包括两种测定煤中灰分的方法，即缓慢灰化法和快速灰化法。缓慢灰化法为仲裁法；快速灰化法可作为例常分析方法。

4.1 缓慢灰化法

4.1.1 方法提要

称取一定量的分析试验煤样，放入马弗炉中，以一定的速度加热到 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ ，灰化并灼烧到质量恒定。以残留物的质量占煤样质量的质量分数作为煤样的灰分。

4.1.2 主要仪器、设备

4.1.2.1 马弗炉

4.1.2.2 灰皿：瓷质，长方形，底长45mm，底宽22mm，高14mm。

4.1.2.3 干燥器：内装变色硅胶或无水氯化钙。

4.1.2.4 分析天平和电子天平：感量0.1mg。

4.1.2.5 耐热瓷板或石棉板。

4.1.3 操作步骤

4.1.3.1 在预先灼烧至质量恒定的灰皿中，称取粒度小于0.2mm的分析试验煤样 (1 ± 0.1) g，称准至0.0002g，均匀地摊平在灰皿中，使其

每平方厘米的质量不超过 0.15g。

4.1.3.2 将灰皿送入温度不超过100℃的马弗炉恒温区中,关上炉门并使炉门留有15mm 左右的缝隙。在不少于30min的时间内将炉温缓慢升至约500℃,并在此温度下保持 30min。继续升到(815±10)℃,并在此温度下灼烧1h。

4.1.3.3 从炉中取出灰皿,放在耐热瓷板或石棉板上,在空气中冷却5min左右,移入干燥器中冷却至室温(约20min)后称量。

4.1.3.4 进行检查性灼烧,温度为(815±10)℃,每次20min,直到连续两次灼烧后的质量变化不超过0.0010g 为止。以最后一次灼烧后的质量作为计算依据。灰分小于15.00%时,不必进行检查性灼烧。

4.2 快速灰化法(国标方法B)

4.2.1 方法提要

将装有煤样的灰皿由炉外逐渐送入预先加热至(815±10)℃的马弗炉中灰化并灼烧至质量恒定。以残留物的质量占煤样质量的质量分数作为煤样的灰分。

4.2.2 仪器、设备:同4.1.2。

4.2.3 试验步骤

4.2.3.1 在预先灼烧至质量恒定的灰皿中,称取粒度小于0.2mm的一般分析试验煤样(1±0.1)g,称准至0.0002g,均匀地摊平在灰皿中,使其每平方厘米的质量不超过0.15g。将盛有煤样的灰皿预先分排放在耐热瓷板或石棉板上。

4.2.3.2 将马弗炉加热到850℃,打开炉门,将放有灰皿的耐热瓷板或石棉板缓慢地推入马弗炉中,先使第一排灰皿中的煤样灰化。待(5~10)

min后煤样不再冒烟时，以每分钟不大于2cm的速度把其余各排灰皿顺序推入炉内炽热部分(若煤样着火发生爆燃，试验应作废)。

4.2.3.3 关上炉门并使炉门留有15mm左右的缝隙，在 (815 ± 10) °C的温度下灼烧40min。

4.2.3.4 从炉中取出灰皿，放在空气中冷却5min左右，移入干燥器中冷却至室温(约 20min)后称量。

4.2.3.5 进行检查性灼烧，温度为 (815 ± 10) °C，每次20min，直到连续两次灼烧后的质量变化不超过0.0010g 为止。以最后一次灼烧后的质量作为计算依据。如遇检查灼烧时结果不稳定，应改用缓慢灰化法重新测定。灰分小于15.00%时，不必进行检查性灼烧。

4.4 洗煤厂生产检查快速灰化法的操作步骤

4.4.1 在预先灼烧至质量恒定的灰皿，称取粒度小于0.2mm的一般分析试验煤样 (0.5 ± 0.05) g，称准至0.0002g，均匀地摊平在灰皿中，使其每平方厘米的质量不超过0.15g。将盛有煤样的灰皿预先分排放在耐热瓷板或石棉板上。

4.4.2 将马弗炉加热到850°C，打开炉门，将放有灰皿的耐热瓷板或石棉板缓慢地推入马弗炉中，先使第一排灰皿中的煤样灰化。待(5~10) min后煤样不再冒烟时，以每分钟不大于2cm的速度把其余各排灰皿顺序推入炉内炽热部分(若煤样着火发生爆燃，试验应作废)。

4.4.3 关上炉门并使炉门留有15mm左右的缝隙，在 (815 ± 10) °C的温度下灼烧20min。

4.4.4 从炉中取出灰皿，放在空气中冷却5min左右，移入干燥器中冷却至室温(约 20min)后称量。

4.5 结果的计算

a) 空气干燥基灰分按式(2)计算:

$$A_{ad} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (2)$$

b) 干燥基灰分按式(3)计算:

$$A_d = A_{ad} \times \frac{100}{100 - M_{ad}} \quad (3)$$

c) 干燥无灰基灰分按式(4)计算:

$$A_{daf} = A_d \times \frac{100}{100 - M_{ad} - A_{ad}} \quad (4)$$

d) 收到基灰分按式(5)计算:

$$A_{ar} = A_{ad} \times \frac{100 - M_{ar}}{100 - M_{ad}} \quad (5)$$

式中:

A_{ad} ——空气干燥基灰分的质量分数, %;

m_1 ——灼烧后残留物的质量, 单位为克 (g);

m ——称取的一般分析试验煤样的质量, 单位为克 (g);

A_d ——干燥基灰分的质量分数, %;

A_{ar} ——收到基灰分的质量分数, %;

A_{daf} ——干燥无灰基灰分的质量分数, %。

4.6 灰分测定的精密度

灰分测定的精密度如表 2 规定。

表2 灰分测定的精密度

灰分质量分数/%	重复性限 A_{ad} /%	再现性临界差 A_d /%
<15.00	0.20	0.30

15.00~30.00	0.30	0.50
>30.00	0.50	0.70

5 挥发分的测定

5.1 方法提要

称取一定量的分析试验煤样，放在带盖的瓷坩埚中，在（900±10）℃下，隔绝空气加热7min。以减少的质量占煤样质量的质量分数，减去该煤样的水分含量作为煤样的挥发分。

5.2 主要仪器、设备

5.2.1 挥发分坩埚：带有配合严密盖的瓷坩埚，坩埚总质量为15g~20g。

5.2.2 马弗炉

5.2.3 坩埚架：用镍铬丝或其他耐热金属丝制成。其规格尺寸以能使所有的坩埚都在马弗炉恒温区内，并且坩埚底部紧邻热电偶热接点上方。

5.2.4 坩埚架夹

5.2.5 分析天平和电子天平：感量0.1mg。

5.2.6 秒表。

5.2.7 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

5.3 试验步骤

5.3.1 在预先于900℃温度下灼烧至质量恒定的带盖瓷坩埚中，称取粒度小于0.2mm的一般分析试验煤样（1±0.01）g，称准至0.0002g，然后轻轻振动坩埚，使煤样摊平，盖上盖，放在坩埚架上。

褐煤和长焰煤应预先压饼，并切成约3mm的小块。

5.3.2 将马弗炉预先加热至920℃左右。打开炉门，迅速将放有坩埚的坩埚架送入恒温区，立即关上炉门并计时，准确加热7min。坩埚及坩埚架刚

放入后,要求炉温在3min内恢复至 (900 ± 10) °C,此后保持在 (900 ± 10) °C,否则此试验作废。加热时间包括温度恢复时间在内。

5.3.3 从炉中取出坩埚,放在空气中冷却5min左右,移入干燥器中冷却至室温(约 20min)后称量。

5.4 焦渣特征分类

测定挥发分所得焦渣的特征,按下列规定加以区分:

- a) 粉状(1型)——全部是粉末,没有相互粘着的颗粒。
- b) 粘着(2型)——用手指轻碰即成粉末或基本上是粉末,其中较大的团块轻轻一碰即成粉末。
- c) 弱粘结(3型)——用手指轻压即成小块。
- d) 不熔融粘结(4型)——以手指用力压才裂成小块,焦渣上表面无光泽,下表面稍有银白色光泽。
- e) 不膨胀熔融粘结(5型)——焦渣形成扁平的块,煤粒的界线不易分清,焦渣上表面有明显银白色金属光泽,下表面银白色光泽更明显。
- f) 微膨胀熔融粘结(6型)——用手指压不碎,焦渣的上、下表面均有银白色金属光泽,但焦渣表面具有较小的膨胀泡(或小气泡)。
- g) 膨胀熔融粘结(7型)——焦渣上、下表面有银白色金属光泽,明显膨胀,但高度不超过15mm。
- h) 强膨胀熔融粘结(8型)——焦渣上、下表面有银白色金属光泽,焦渣高度大于15mm。

为了简便起见,通常用上列序号作为各种焦渣特征的代号。

5.5 结果的计算

- a) 空气干燥基挥发分 按式(6)计算:

$$V_{\text{ad}} = \frac{m_1}{m} \times 100 - M_{\text{ad}} \quad (6)$$

b) 干燥基挥发分 按式(7)计算:

$$V_{\text{d}} = V_{\text{ad}} \times \frac{100}{100 - M_{\text{ad}}} \quad (7)$$

c) 干燥无灰基挥发分 按式(8)计算:

$$V_{\text{daf}} = V_{\text{ad}} \times \frac{100}{100 - M_{\text{ad}} - A_{\text{ad}}} \quad (8)$$

d) 收到基挥发分 按式(9)计算:

$$V_{\text{ar}} = V_{\text{ad}} \times \frac{100 - M_{\text{ar}}}{100 - M_{\text{ad}}} \quad (9)$$

式中:

V_{ad} ——空气干燥基挥发分的质量分数, %;

m_1 ——煤样加热后减少的质量, 单位为克 (g);

m ——一般分析试验煤样的质量, 单位为克 (g);

V_{ar} ——收到基挥发分的质量分数, %;

V_{d} ——干燥基挥发分的质量分数, %;

V_{daf} ——干燥无灰基挥发分的质量分数, %;

M_{ad} ——空气干燥基水分的质量分数, %;

A_{ad} ——空气干燥基灰分的质量分数, %。

5.6 挥发分测定的精密度

挥发分测定的精密度如表 3 规定。

表 3 挥发分测定的精密度

挥发分质量分数/%	重复性限 $V_{ad}/\%$	再现性临界差 $V_d/\%$
<20.00	0.30	0.50
20.00~40.00	0.50	1.00
>40.00	0.80	1.50

6 固定碳的计算

a) 空气干燥基固定碳按式(10)计算:

$$FC_{ad} = 100 - (M_{ad} + A_{ad} + V_{ad}) \quad (10)$$

)

b) 干燥基固定碳按式(11)计算:

$$FC_d = FC_{ad} \times \frac{100}{100 - M_{ad}} \quad (11)$$

也可以直接按下式计算:

$$FC_d = 100 - A_d - V_d \quad (12)$$

c): 干燥无灰基固定碳 按式(13)计算:

$$FC_{daf} = FC_{ad} \times \frac{100}{100 - M_{ad} - A_{ad}} \quad (13)$$

也可以直接按下式计算:

$$FC_{daf} = 100 - V_{daf} \quad (14)$$

式中:

FC_{ad} —— 空气干燥基固定碳的质量分数, %;

FC_d —— 干燥基固定碳的质量分数, %;

FC_{daf} —— 干燥无灰基固定碳的质量分数, %;

M_{ad} —— 一般分析试验煤样水分的质量分数, %;

A_{ad} —— 空气干燥基灰分的质量分数, %;

A_d —— 干燥基灰分的质量分数, %;

V_{ad} ——空气干燥基挥发分的质量分数，%；

V_{daf} ——干燥无灰基挥发分的质量分数，%。

煤和焦炭全硫测定方法的操作规程

1 执行国标代号：GB/T214——2007

2 适用范围

本方法规定了用库仑法测定煤和焦炭中全硫方法原理、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算及精密度等。在仲裁分析时，应采用艾士卡法。

本方法适用于褐煤、烟煤、无烟煤和焦炭，也适用于水煤浆干燥煤样。

3 库仑滴定法

3.1 原理

样品在催化剂作用下，于空气流中燃烧分解，硫生成硫的氧化物，其中二氧化硫被碘化钾溶液吸收，以电解碘化钾溶液所产生的碘进行滴定，根据电解所消耗的电量计算煤中全硫的含量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 三氧化钨（HG 10-1129）。

3.2.2 变色硅胶（HG/T 2765.4）：工业品。

3.2.3 氢氧化钠（GB/T 629）：化学纯。

3.2.4 电解液

称取碘化钾 (GB/T 1272)、溴化钾 (GB/T 649) 各 5.0g 溶于 (250~300) mL 水中并在溶液中加入冰乙酸 (GB/T 676) 10mL。

3.2.5 燃烧舟：素瓷或刚玉制品，装样部分长约 60 mm，耐温 1200℃ 以上。

3.3 仪器设备

库仑测硫仪：库仑测硫仪主要由管式高温炉、电解池和电磁搅拌器、库仑积分器、送样程序控制器、空气供应及净化装置组成。

3.4 试验步骤

3.4.1 试验准备

按设备使用说明开机，将管式高温炉升温至 1150℃，开动抽气和供气泵，检测仪器各部件及各接口气密性，气密性良好则可进行试验，反之应检查仪器各个部件及接口情况，确保气密性良好。

3.4.2 仪器标定

3.4.2.1 标定方法：使用有证煤/焦炭标准物质，按以下方法之一进行测硫仪标定。

3.4.2.1.1 多点标定法：用硫含量能覆盖被测样品硫含量范围的至少 3 个有证煤/焦炭标准物质进行标定；

3.4.2.1.2 单点标定法：用与被测样品硫含量相近的煤/焦炭标准物质进行标定。

3.4.2.2 标定程序

3.4.2.2.1 测定标准物质的空气干燥基水分，计算其空气干燥基全硫 $S_{t,ad}$ 标准值。

3.4.2.2.2 按 3.4.3 步骤，用被标定仪器测定煤/焦炭标准物质的硫含

量。每一标准物质至少重复测定 3 次，以 3 次测定值的平均值为标准物质的硫测定值。

3.4.2.2.3 将煤/焦炭标准物质的硫测定值和空气干燥基标准值输入测硫仪（或仪器自动读取），生成校正系数。

3.4.2.3 标定有效性核验

另外选取（1~2）个煤/焦炭标准物质或者其他控制样品，用被标定的测硫仪按照 3.4.3 步骤测定其全硫含量。若测定值与标准值（控制值）之差在标准值（控制值）的不确定度范围（控制限）内，说明标定有效，否则应查明原因，重新标定。

3.4.3 测定步骤

3.4.3.1 将管式高温炉升温并控制在 (1150 ± 10) °C。

3.4.3.2 开动供气泵和抽气泵并将抽气流量调节到 1000mL/min。在抽气下，将电解液加入电解池内，开动电磁搅拌器。

3.4.3.3 在瓷舟中放入少量非测定用的煤样，按 3.4.3.4 所述进行终点电位调整试验。如试验结束后库仑积分器的显示值为 0，应再次测定，直至显示值不为 0。

3.4.3.4 在瓷舟中称取粒度小于 0.2 mm 的空气干燥煤样 (0.05 ± 0.005) g（称准至 0.0002 g），并在煤样上盖一薄层三氧化钨。将瓷舟放在送样的石英托盘上，开启送样程序控制器，煤样即自动送进炉内，库仑滴定随即开始。试验结束后，库仑积分器显示出硫的毫克数或质量分数，或由打印机打印。

3.4.4 标定检查

仪器测定期间应使用煤/焦炭标准物质或者其他控制样品定期（建议

每 10~15 次测定后) 对测硫仪的稳定性和标定的有效性进行核查, 如果煤标准物质或者其他控制样品的测定值超出标准值的不确定度范围(控制限), 应按上述步骤重新标定仪器, 并重新测定自上次检查以来的样品。

3.5 方法的精密度

库仑滴定法全硫测定的重复性和再现性如表 1 规定。

表 1 库仑滴定法测定煤中全硫精密度

全硫质量分数 $S_t/\%$	重复性限 $S_{t,ad}/\%$	再现性临界差 $S_{t,d}/\%$
≤ 1.50	0.05	0.15
1.50(不含)~4.00	0.10	0.25
>4.00	0.20	0.35

表 2 库仑滴定法测定焦炭全硫精密度

全硫质量分数 $S_t/\%$	重复性限 $S_{t,ad}/\%$	再现性临界差 $S_{t,d}/\%$
≤ 1.00	0.04	0.10
>1.00	0.10	0.20

发热量测定的操作步骤

1 执行国标代号: GB/T213——2008

2 适用范围

本方法规定了用氧弹量热法测定煤的高位发热量的原理、试验条件、试剂和材料、仪器设备、测定步骤、测定结果的计算、热容量、仪器常数标定和方法精密度等以及低位发热量的计算方法。

本方法适用于泥炭、褐煤、烟煤、无烟煤、焦炭、炭质页岩等固体矿

物燃料及水煤浆。

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本方法。

3.1 热量单位

热量单位为焦耳 (J)。

焦耳 (J) 是一牛顿 (N) 的力使其作用点在力的方向上移动 1m 所作的功。

$$1\text{J}=1\text{N}\cdot\text{m}$$

发热量测定结果以兆焦每千克 (MJ/kg) 或焦耳每克 (J/g) 表示。

3.2 弹筒发热量

单位质量的试样在充有过量氧气的氧弹内燃烧,其燃烧后的物质组成为氧气、氮气、二氧化碳、硝酸和硫酸、液态水以及固态灰时放出的热量。

3.3 恒容高位发热量

单位质量的试样在充有过量氧气的氧弹内燃烧,其燃烧后的物质组成为氧气、氮气、二氧化碳、二氧化硫、液态水以及固态灰时放出的热量。

恒容高位发热量即由弹筒发热量减去硝酸形成热和硫酸校正热后得到的发热量。

3.4 恒容低位发热量

单位质量的试样在恒容的条件下,在过量氧气中燃烧,其燃烧后的物质组成为氧气、氮气、二氧化碳、二氧化硫、气态水(假定压力为 0.1MPa)以及固态灰时放出的热量。

恒容低位发热量即由恒容高位发热量减去水(煤中原有的水和煤中氢燃烧生成的水)的气化热后得到的发热量。

3.5 恒压低位发热量

单位质量的试样在恒压条件下，在过量氧气中燃烧，其燃烧后的物质组成为氧气、氮气、二氧化碳、二氧化硫、气态水（假定压力为 0.1MPa）以及固态灰时放出的热量。

3.6 热量计的有效热容量

量热系统产生单位温升所需的热量（简称热容量）。通常以焦耳每开尔文（J/K）表示。

4 原理

4.1 高位发热量

煤的发热量在氧弹热量计中进行测定，一定量的分析试样在氧弹热量计中，在充有过量氧气的氧弹内燃烧，热量计的热容量通过在相近条件下燃烧一定量的基准量热物苯甲酸来确定，根据试样燃烧前后量热系统产生的温升，并对点火热等附加热进行校正后即可求得试样的弹筒发热量。

从弹筒发热量扣除硝酸形成热和硫酸校正热（氧弹反应中形成的水和硫酸与气态二氧化硫的形成热之差）即得高位发热量。

4.2 低位发热量

煤的恒容低位发热量和恒压低位发热量可以通过分析试样的高位发热量计算。计算恒容低位发热量需要知道煤样中水分和氢的含量。原则上计算恒压低位发热量还需要知道煤样中氧和氮的含量。

5 试验室条件

进行发热量测定的试验室应满足以下条件：

a) 室内应无强烈的空气对流，因此不应有强烈的热源、冷源和风扇等，试验过程中应避免开启门窗；

d) 试验室最好朝北，以避免阳光照射，否则热量计应放在不受阳光直射的地方。

6 试剂和材料

6.1 氧气：至少 99.5%纯度，不含可燃成分，不允许使用电解氧；压力足以使氧弹充氧至 3.0MPa。

6.2 氢氧化钠标准溶液： $c(\text{NaOH}) \approx 0.1\text{mol/L}$ 。

称取优级纯氢氧化钠 4g，溶解于 1000mL 经煮沸冷却后的水中，混合均匀，装入塑料瓶或塑料筒内，拧紧盖子。然后用优级纯本二甲酸氢钾（GB/T1257）进行标定。

6.3 甲基红指示剂：2g/L。

称取 0.2g 甲基红，溶解在 100mL 水中。

6.4 苯甲酸：基准量热物质，二等或二等以上，其标准热值经权威计量机构确定或可以明确溯源到权威计量机构。

6.5 点火丝：直径 0.1mm 左右的铂、铜、镍丝或其他已知热值的金属丝或棉线，如使用棉线，则应选用粗细均匀，不涂蜡的白棉线。各种点火丝点火时放出的热量如下：

铁 丝：6700J/g；

镍铬丝：6000J/g；

铜 丝：2500J/g；

棉 线：17500J/g。

6.6 点火导线：直径 0.3mm 左右的镍铬丝。

6.7 酸洗石棉绒：使用前在 800℃下灼烧 30min。

6.8 擦镜纸：使用前先测出燃烧热：抽取（3~4）张纸，团紧，称准质

量，放入燃烧皿中，然后按常规方法测定发热量。取三次结果的平均值作为擦镜纸热值。

7 仪器设备

7.1 热量计

7.1.1 总则

热量计是由燃烧氧弹、内筒、外筒、搅拌器、水、温度传感器、试样点火装置、温度测量和控制系统构成。

通常热量计有两种，恒温式和绝热式，它们的量热系统被包围在充满水的双层夹套（外筒）中，它们的差别只在于外筒的控温方式不同，其余部分无明显区别。所用的计算公式应在仪器操作说明书中给出。计算中用到的附加热应清楚地确定，所用的点火热，副反应的校正应该明确说明。

热量计的精密度和准确度要求为，测试精密度：5次苯甲酸重复测定结果的相对标准差不大于0.20%；准确度：标准煤样测试结果与标准值之差都在不确定度范围内；或者用苯甲酸作为样品进行5次发热量测定，其平均值与标准热值之差不超过50J/g。计算中除燃烧不完全的结果外，所有的测试结果不应随意舍弃。

7.1.2 氧弹

由耐热、耐腐蚀的镍铬或镍铬钼合金钢制成，弹筒容积为（250~350）mL，弹头上应装有供充氧和排气的阀门以及点火电源的接线电极。

8 测定步骤

8.1 在燃烧皿中精确称取粒度小于0.2mm的分析试样0.9~1.1g。将盛有试样的燃烧皿放在支架上，取一根已知质量的电火丝，将氧弹的两端电极柱分别接上，让点火丝与煤样接触，注意不要让点火丝接触到燃烧皿上，

以免点火失败。往氧弹加入 10mL 蒸馏水，拧紧弹盖，缓缓向氧弹中充入氧气，直到压力达到 2.8~3.0MPa，充氧时不得少于 15s，钢瓶氧气压力不足时，应适当延长充氧时间。

8.2 用提钩将氧弹放入量热仪内筒支架上，盖好盖子，在电脑菜单提示下输入数据，然后点出开始试验，试验自动进行，测试过程完毕后，屏幕会显示出试样的弹筒发热量，并记录下来，再进行下一步测定。

8.3 试验过程中应注意观察，是否出现异常情况，比如点火失败，温度曲线出现异常起伏，都应将试验重新测定，每个试验测试都应称一对平行样。

9 弹筒发热量和高位发热量的计算

9.1 试验结束后，根据数字修约规定，修约到 10J/g，记录好该试样两次结果，看是否超过重复性 120J/g，若超过应进行第三次试验，根据规定《煤质分析试验方法一般规定》中，对 3、4 次重复测定的极差值 1.2T、1.3T 的规定进行取舍、取值，此时的值为弹筒发热量，根据公式换算成收到基低位发热量，按 MJ/kg 报出。等其它试验项目结果审核完毕后，将 M_t 、 M_{ad} 、 A_{ad} 、 $S_{t,ad}$ 代入公式，求出空气干燥试样的恒容高位发热量和收到基低位发热量。

9.2 按式 (1) 计算空气干燥煤样的弹筒发热量

$$Q_{b, ad} = \frac{EH[(t_n + h_n) - (t_0 + h_0) + C] - (q_1 + q_2)}{m} \quad (1)$$

按式 (2) 计算空气干燥煤样的高位发热量

$$Q_{gr, ad} = Q_{b, ad} - (94.1S_{b, ad} + aQ_{b, ad}) \quad (2)$$

式(1)中：

$Q_{b, ad}$ ——空气干燥煤样的弹筒发热量，单位为焦耳每克 (J/g)；

E ——热量计的热容量，单位为焦耳每开尔文 (J/K)；

q_1 ——点火热，单位为焦耳 (J)；

q_2 ——添加物如包纸等产生的总热量，单位为焦耳 (J)；

m ——试样质量，单位为克 (g)；

H ——贝克曼温度计的平均分度值，使用数字显示温度计时， $H=1$ ；

h_0 —— t_0 的毛细孔经修正值，使用数字显示温度计时， $h_0=0$ ；

h_n —— t_n 的毛细孔经修正值，使用数字显示温度计时， $h_n=0$ 。

式 (2) 中：

$Q_{gr, ad}$ ——空气干燥煤样的高位发热量，单位为焦耳每克 (J/g)；

$S_{b, ad}$ ——由弹筒洗液测得的含硫量，以质量分数表示，%：当全硫低于 4.00%时，或发热量大于 14.60MJ/kg 时，可用全硫代替 $S_{b, ad}$ ；

94.1——空气干燥煤样中每 1.00%硫的校正系数，单位为焦耳每克 (J/g)；

a ——硝酸形成热校正系数：

当 $Q_b \leq 16.70\text{MJ/kg}$ ， $a=0.0010$ ；

当 $16.70 < Q_b \leq 25.10\text{MJ/kg}$ ， $a=0.0012$ ；

当 $Q_b > 25.10\text{MJ/kg}$ ， $a=0.0016$ 。

加助燃剂后，应按总释热量考虑。

10 热容量的标定

10.1 在不加衬垫的燃烧皿中称取经过干燥和压片的苯甲酸，苯甲酸片的质量以 0.9g~1.1g 为宜。

10.2 根据所用热量计的类型，按照发热量测定的相应步骤准备氧弹和内、外筒，然后点火和测量温升。

10.3 热容量标定一般进行 5 次重复试验。计算 5 次重复试验结果的平均值和相对标准差，其相对标准差不应超过 0.20%，若超过 0.20%，再补做一次试验，取符合要求的 5 次结果的平均值，修约至 1J/K，作为该仪器的热容量。若任何 5 次结果的相对标准差超过 0.20%，则应对试验条件和技术操作仔细检查并纠正存在问题后，重新进行标定，舍弃已有的全部结果。

10.4 热容量标定值的有效期为 3 个月，超过此期限应重新标定。但有下列情况时，应立即重新标定：

- a) 更换量热温度计；
- b) 更换热量计大部件如氧弹头、连接环；
- c) 标定热容量和测定发热量时的内筒温度相差超过 5K；
- d) 热量计经过较大的搬动之后。

如果热量计量热系统没有显著改变，重新标定的热容量值与前一次的热容量值相差不应大于 0.25%，否则，应检查试验程序，解决问题后再重新进行标定。

11 结果的表述

弹筒发热量和高位发热量的结果计算到 1J/g，取高位发热量的两次重复测定的平均值按数字修约规则修约到最接近的 10J/g 的倍数，按 J/g 或 MJ/kg 的形式报出。

12 方法的精密度

发热量测定的重复性限和再现性临界差如表 2 规定。

表 2 发热量测定的重复性限和再现性临界差

高位发热量/ (J/g)	重复性限 $Q_{gr, ad}$	再现性临界差 $Q_{gr, ad}$
	120	300

13 低位发热量的计算

13.1 恒容低位发热量

煤的各种不同水分基的恒容低位发热量按式 (3) 计算:

$$Q_{net, v, M} = (Q_{gr, v, ad} - 206H_{ad}) \times \frac{100 - M}{100 - M_{ad}} - 23M \quad (3)$$

式中:

$Q_{net, v, M}$ ——水分为 M 的煤的恒容低位发热量, 单位为焦耳每克 (J/g);

$Q_{gr, v, ad}$ ——煤的空气干燥基恒容高位发热量, 单位为焦耳每克 (J/g);

M ——煤样的水分, 以质量分数表示, %;

干燥基时 $M=0$; 空气干燥基时 $M=M_{ad}$; 收到基时, $M=M_r$ 。

H_{ad} ——煤的空气干燥基氢的质量分数, %;

206——对应于空气干燥煤样中每 1% 氢 的气化热校正值 (恒容), 单位为焦耳每克 (J/g);

23——对应于收到基煤中每 1% 水分的气化热校正值 (恒容), 单位为焦耳每克 (J/g)。

13.2 恒压低位发热量

由弹筒发热量算出的高位发热量和低位发热量都属恒容状态, 在实际工业燃烧中则是恒压状态, 严格地讲, 工业计算中应使用恒压低位发热量。

如有必要, 煤的恒压低位发热量可按式 (5) 计算:

$$Q_{net, p, ar} = [Q_{gr, v, ad} - 212H_{ad} - 0.8(O_{ad} + N_{ad})] \times \frac{100 - M}{100 - M_{ad}} - 24.4M$$

(5)

式中:

$Q_{\text{net, p, ar}}$ ——煤的收到基恒压低位发热量，单位为焦耳每克 (J/g)；

O_{ad} ——空气干燥煤样中氧的质量分数，%；

N_{ad} ——空气干燥煤样中氮的质量分数，%；

212——对应于空气干燥煤样中每 1% 氢 的气化热校正值 (恒压)，单位为焦耳每克 (J/g)；

0.8——对应于空气干燥煤样中每 1% 氧和氮的气化热校正值 (恒压)，单位为焦耳每克 (J/g)；

24.4——对应于收到基煤中每 1% 水分的气化热校正值 (恒压)，单位为焦耳每克 (J/g)。其余符号意义同前。

注：($O_{\text{ad}} + N_{\text{ad}}$) 可按式 (6) 计算：

$$(O_{\text{ad}} + N_{\text{ad}}) = 100 - M_{\text{ad}} - A_{\text{ad}} - C_{\text{ad}} - H_{\text{ad}} - S_{\text{t, ad}} \quad (6)$$

14 各种不同基的煤的发热量换算

14.1 高位发热量基的换算

煤的各种不同基的高位发热量按式 (7)、(8)、(9) 换算：

$$Q_{\text{gr, ar}} = Q_{\text{gr, ad}} \times \frac{100 - M_{\text{t}}}{100 - M_{\text{ad}}} \quad (7)$$

$$Q_{\text{gr, d}} = Q_{\text{gr, ad}} \times \frac{100}{100 - M_{\text{ad}}} \quad (8)$$

$$Q_{\text{gr, daf}} = Q_{\text{gr, ad}} \times \frac{100}{100 - M_{\text{ad}} - A_{\text{ad}}} \quad (9)$$

式中：

Q_{gr} ——高位发热量，单位为焦耳每克 (J/g)；

A_{ad} ——空气干燥基煤样灰分的质量分数，%；

ar、ad、d、daf——分别代表收到基、空气干燥基、干燥基和干燥无灰基。其余符号意义同前。

粘结指数测定方法的操作步骤

1 执行国标代号：GB/T5447——1997

2 适用范围

本方法规定烟煤粘结指数 ($G_{R.I.}$ 指数, 简记 G 指数) 的仪器设备、测定方法和结果计算与表述。本方法适用于烟煤。

3 方法要点

将一定质量的试验煤样和专用无烟煤, 在规定的条件下混合, 快速加热成焦, 所得焦块在一定规格的转鼓内进行强度检验, 用规定的公式计算粘结指数, 以表示试验煤样的粘结能力。

4 专用无烟煤

测定粘结指数专用无烟煤 (简称专用无烟煤), 符合 GB/T 14181 规定要求。

5 仪器设备

5.1 本方法需用下列仪器设备:

5.1.1 分析天平和电子天平: 感量 1mg。

5.1.2 马弗炉: 具有均匀加热带, 其恒温区 $(850 \pm 10)^\circ\text{C}$, 长度不小于 120mm, 并附有调压器或定温控制器。

5.1.3 转鼓试验装置: 转鼓转速必须保证 (50 ± 2) r/min。转鼓内经 200mm、深 70mm, 壁上铆有两块相距 180° 、厚为 3mm 的挡板。

5.1.4 压力器: 以 6kg 质量压紧试验煤样与专用无烟煤混合物的仪器。

5.2 用具：

5.2.1 坩埚和坩埚盖：瓷质。

5.2.2 搅拌丝：由直径 1mm~1.5mm 的硬质金属丝制成。

5.2.3 压块：镍铬钢制成，质量为 110g~115g。

5.2.4 圆孔筛：筛孔直径 1mm。

5.2.5 坩埚架：由直径 3mm~4mm 镍铬丝制成。

5.2.6 秒表。

5.2.7 干燥器。

2.2.8 镊子。

5.2.9 刷子。

6 煤样

6.1 试验煤样按要求制备成粒度小于 0.2mm 的空气干燥煤样，其中 0.1mm~0.2mm 的煤粒占全部煤样的 20%~35%。煤样粉碎后并在试验前应混合均匀。

6.2 试验煤样应装在密封的容器中，制样后到试验时间不应超过一星期。如超过一星期。

7 操作步骤

7.1 先称取 5g 专用无烟煤，再称取 1g 试验煤样放入坩埚，质量应称准到 0.001g。

7.2 用搅拌丝将坩埚内的混合物搅拌 2min。搅拌方法是：坩埚作约 45° 倾斜，逆时针方向转动，每分钟约 15 转，搅拌丝按同样倾角作顺时针方向转动，每分钟约 150 转，搅拌时，搅拌丝的圆环接触坩埚壁与底相连接的圆弧部分。约经 1min45s 后，一边继续搅拌，一边将坩埚与搅拌丝逐

渐转到垂直位置，约 2min 时，搅拌结束，亦可用达到同样搅拌效果的机械装置进行搅拌。在搅拌时，应防止煤样外溅。

7.3 搅拌后，将坩埚壁上煤粉用刷子轻轻扫下，用搅拌丝将混合物小心地拨平，并使沿坩埚壁的层面略低 1mm~2mm，以便压块将混合物压紧后，使煤样表面处于同一平面。

7.4 用镊子夹压块于坩埚中央。然后将其置于压力器下，将压杆轻轻放下，静压 30s。

7.5 加压结束后，压块仍留在混合物上，加上坩埚盖。注意从搅拌时开始，带有混合物的坩埚，应轻拿轻放，避免受到撞击与振动。

7.6 将带盖的坩埚放置在坩埚架中，用带手柄的平铲或夹子托起坩埚架，放入预先升温到 850℃ 的马弗炉内的恒温区。要求 6min 内，炉温应恢复到 850℃，以后炉温应保持在 (850±10)℃。从放入坩埚开始计时，焦化 15min，之后，将坩埚从马弗炉中取出，放置冷却到室温。若不立即进行转鼓试验，则将坩埚放入干燥器中。

7.7 从冷却后的坩埚中取出压块。当压块上附有焦屑时，应刷入坩埚内。称量焦渣总质量，然后将其放入转鼓内，进行第一次转鼓试验，转鼓试验后的焦块用 1mm 圆孔筛进行筛分，再称量筛上物质量，然后，将其放入转鼓进行第二次转鼓试验，重复筛分、称量操作。每次转鼓试验 5min 即 250 转。质量均称准到 0.01g。

8 结果表述

粘结指数 (G) 按式 (1) 计算：

$$G = 10 + \frac{30m_1 + 70m_2}{m} \quad (1)$$

式中：

m_1 ——第一次转鼓试验后，筛上物的质量，g；

m_2 ——第二次转鼓试验后，筛上物的质量，g；

m ——焦化处理后焦渣总质量，g。

计算结果取到小数点后第一位。

9 补充实验

当测得的 G 小于 18 时，需重做试验。此时，试验煤样和专用无烟煤的比例改为 3:3. 即 3g 试验煤样与 3g 专用无烟煤。其余试验步骤均和第 7 章相同，结果按式 (2) 计算：

$$G = \frac{30m_1 + 70m_2}{5m} \quad (2)$$

式中符号意义均与式 (1) 相同。

10 精密度及结果报出

粘结指数测定结果的精密度见表 1

表 1 粘结指数测定的重复性和再现性

粘结指数 (G 值)	重复性 (G 值)	再现性 (G 值)
≥ 18	≤ 3	≤ 4
< 18	≤ 1	≤ 2

以重复试验结果的算术平均值，作为最终结果。报出结果取整数。

烟煤胶质层指数测定的操作步骤

1 执行国标代号：GB/T479——2000

2 适用范围

本方法规定了胶质层指数测定的方法提要、仪器设备、试验步骤和结果表述。本方法适用于烟煤。

3 方法提要

按规定将煤样装入煤杯中，煤杯放在特制的电炉内以规定的升温速度进行单侧加热，煤样则相应形成半焦层、胶质层和未软化的煤样层三个等温层面。用探针测出胶质体的最大厚度 Y ，从试验的体积曲线测得最终收缩度 X 。

4 仪器设备

4.1 双杯胶质层测定仪：有带平衡砣和不带平衡砣的两种类型。

4.2 程序控温仪：温度低于 250°C 时，升温速度约为 $8^{\circ}\text{C}/\text{min}$ ， 250°C 以上，升温速度为 $3^{\circ}\text{C}/\text{min}$ 。在 $350\sim 600^{\circ}\text{C}$ 期间，显示温度与应达到的温度差值不超过 5°C ，其余时间内不应超过 10°C 。也可用电位差计（0.5级）和调压器来控温。

4.3 煤杯

煤杯由45号钢制成，其规格如下：外径70mm；杯底内径59mm；从距杯底50mm处至杯口的内径60mm；从杯底到杯口的高度110mm。

煤杯使用部分的杯壁应当光滑，不应有条痕和缺凹，每使用50次后应检查一次使用部分的直径。检查时，沿其高度每隔10mm测量一点，共测6点，测得结果的平均数与平均直径（59.5 mm）相差不得超过0.5mm，杯底与杯体之间的间隙也不应超过0.5mm。

4.4 探针

探针由钢针和铝制刻度尺组成。钢针直径为1mm，下端是钝头。刻度尺上刻度的单位为1mm。刻度线应平直清晰，线粗0.1~0.2 mm。对于已装好煤样而尚未进行试验的煤杯，用探针测量其纸管底部位置时，指针应指在刻度尺的零点上。

4.5 加热炉：由上部砖垛、下部砖垛和电热元件组成。

4.5.1 硅碳棒电加热元件

硅碳棒的规格和要求如下：

电阻6~8 Ω；使用部分长度150mm，直径8mm；冷端长度60mm，直径16mm；灼热部分温度极限1200~1400℃。也可使用镍铬丝加热盘，但必须加热均匀，并确保满足本方法的升温速度和最终的温度要求。

4.6 架盘天平：最大称量500g，感量0.5g。

4.7 长方形小铲：宽30mm、长45mm。

4.8 记录转筒：其转速应以记录笔每160 min能绘出长度为（160±2）mm的线段为准。每月应检查一次记录转筒转速，检查时应至少测量80 min所绘出的线段的长度，并调整到合乎标准。

4.9 测定时，煤样横断面上所承受的压强 P 应为 $9.8 \times 10^4 \text{Pa}$ 。

4.10 热电偶

镍铬—镍铝电偶，一般每半年校准一次。在更换或重焊热电偶后应重新校准。

5 煤样

5.1 胶质层测定用的煤样应符合下列规定：

缩制方法应符合《煤样的制备方法》。煤样应用对辊式破碎机破碎到全部通过1.5mm的圆孔筛，但不得过度粉碎。

5.2 供确定煤炭牌号的煤样，应一律按GB 5751中的有关规定进行减灰。

5.3 为防止煤的氧化对测定结果的影响，试样应装在磨口玻璃瓶或其他密闭容器中，且放在阴凉处，试验应在制样后不超过半个月完成。

6 试验准备

6.1 煤杯、热电偶管及压力盘上遗留的焦屑等用金刚砂布（ $1\frac{1}{2}$ 号为宜）人工清除干净，也可用机械方法清除。杯底及压力盘上各析气孔应畅通，热电偶管内不应有异物。

6.2 纸管制作

在一根细钢棍上用香烟纸粘制成直径为2.5~3mm、高度约为60mm的纸管。装煤杯时将钢棍插入纸管，纸管下端折约2 mm，纸管上端与钢棍贴紧，防止煤样进入纸管。

6.3 滤纸条：宽约60 mm，长190~200 mm。

6.4 石棉圆垫

用厚度为 0.5 ~1.0 mm的石棉纸作两个直径为59mm的石棉圆垫。在上部圆垫上有供热电偶铁管穿过的圆孔和纸管穿过的小孔；在下部圆垫上对应压力盘上的探测孔处作一标记。

6.5 体积曲线记录纸

用毫米方格纸作体积曲线记录纸，其高度与记录转筒的高度相同，其长度略大于转筒圆周。

6.6 装煤杯

6.6.1 将杯底放入煤杯使其下部凸出部分进入煤杯底部圆孔中，杯底上放置热电偶铁管的凹槽中心点与压力盘上放热电偶的孔洞中心点对准。

6.6.2 将石棉垫铺在杯底上，石棉垫上圆孔应对准杯底上的凹槽，在杯内下部沿壁围一条滤纸条。

将热电偶铁管插入杯底凹槽，把带有香烟纸管的钢棍放在下部石棉圆垫的探测孔标志处，用压板把热电偶铁管和钢棍固定，并使它们都保持垂直状态。

6.6.3 将全部试样倒在缩分板上，掺合均匀、摊成厚约10 mm的方块。用直尺将方块划分为许多30 mm ×30 mm左右的小块，用长方形小铲，按棋盘式取样法隔块分别取出两份试样，每份试样质量为(100±0.5)g。

6.6.4 将每份试样用堆锥四分法分为四部分，分四次装入杯中。每装25 g之后，用金属针将煤样摊平，但不得捣固。

6.6.5 试样装完后，将压板暂时取下，把上部石棉圆垫小心地平铺在煤样上，并将露出的滤纸边缘折复于石棉圆垫之上，放入压力盘，再用压板固定热电偶铁管。将煤杯放入上部砖垛的炉孔中，把压力盘与杠杆连结起来，挂上砝码，调节杠杆到水平。

6.6.6 如试样在试验中生成流动性很大的胶质体溢出压力盘，则应按6.6条重新装样试验。重新装样的过程中，须在折复滤纸后，用压力盘压平，再用直径2~3 mm的石棉绳在滤纸和石棉垫上方沿杯壁和热电偶铁管外壁围一圈，再放上压力盘，使石棉绳把压力盘与煤杯、压力盘与热电偶铁管之间的缝隙严密地堵起来。

6.6.7 在整个装样过程中香烟纸管应保持垂直状态。当压力盘与杠杆连结好后，在杠杆上挂上砝码，把细钢棍小心地由纸管中抽出来(可轻轻旋转)，务使纸管留在原有位置。如纸管被拔出，或煤粒进入了纸管(可用探针试出)，须重新装样。

6.7 用探针测量纸管底部时，将刻度尺放在压板上，检查指针是否指在刻度尺的零点，如不在零点，则有煤粒进入纸管内，应重新装样。

6.8 将热电偶置于热电偶铁管中，检查前杯和后杯热电偶连接是否正确。

6.9 把毫米方格纸装在记录转筒上，并使纸上的水平线始、末端彼此衔接起来。调节记录转筒的高低，使其能同时记录前、后杯两个体积曲线。

6.10 检查活轴轴心到记录笔尖的距离，并将其调整为600 mm，将记录笔充好墨水。

6.11 加热以前按式（1）求出煤样的装填高度：

$$h = H - (a - b) \quad (4)$$

式中：

h——煤样的装填高度，mm；

H——由杯底上表面到杯口的高度，mm；

a——由压力盘上表面到杯口的距离，mm；

b——压力盘和两个石棉圆垫的总厚度，mm。

a值测量时，顺煤杯周围在四个不同地方共量四次，取平均值。H值应每次装煤前实测，b值可用卡尺实测。

6.12 同一煤样重复测定时装煤高度的允许差为1 mm，超过允许差时应重新装样。

7 操作步骤

7.1 当上述准备工作就绪后，打开程序控温仪开关，通电加热，并控制两煤杯杯底升温速度如下：250℃以前为8℃/min，并要求30min内升到250℃；250℃以后为3℃/min。每10min记录一次温度。在350~600℃期间，实际温度与应达到的温度的差不应超过5℃，在其余时间内不应超过10℃，否则，试验作废。在试验中应按时记录“时间”和“温度”。“时间”从250℃起开始计算，以min为单位。

7.2 温度到达250℃时，调节记录笔尖使之接触到记录转筒上，固定其位置，并旋转记录转筒一周，划出一条“零点线”，再将笔尖对准起点，开始记录体积曲线。

7.3 对一般煤样，测量胶质层层面在体积曲线开始下降后几分钟开始，到温升至约650℃时停止。当试样的体积曲线呈山型或生成流动性很大的胶质体时，其胶质层层面的测定可适当地提前停止，一般可在胶质层最大厚度出现后再对上、下部层面各测2~4次即可停止，并立即用石棉绳或石棉绒把压力盘上探测孔严密地堵起来，以免胶质体溢出。

7.4 测量胶质层上部层面时，将探针刻度尺放在压板上，使探针通过压板和压力盘上的专用小孔小心地插入纸管中，轻轻往下探测，直到探针下端接触到胶质层层面（手感有阻力了为上部层面）。读取探针刻度毫米数（为层面到杯底的距离），将读数填入记录表中“胶质层上部层面”栏内，并同时记录测量层面的时间。

7.5 测量胶质层下部层面时，用探针首先测出上部层面，然后轻轻穿透胶质体到半焦表面（手感阻力明显加大为下部层面），将读数填入记录表中“胶质层下部层面”栏内，同时记录测量层面的时间。探针穿透胶质层和从胶质层中抽出时，均应小心缓慢从事。在抽出时还应轻轻转动，防止带出胶质体或使胶质层内积存的煤气突然逸出，以免破坏体积曲线形状和影响层面位置。

7.6 根据转筒所记录的体积曲线的形状及胶质体的特性，来确定测量胶质层上、下部层面的频率。

7.6.1 当曲线呈“之”字型或波型时，在体积曲线上升到最高点时测量上部层面，在体积曲线下降到最低点时测量上部层面和下部层面（但下部层面的测量不应太频繁，约每8~10 min测量一次）。如果曲线起伏非常频繁，可间隔一次或两次起伏，在体积曲线的最高点和最低点测量上部层面，并每隔8~10 min在体积曲线的最低点测量一次下部层面。

7.6.2 当体积曲线呈山型、平滑下降型或微波型时，上部层面每5 min测量一次，下部层面每10 min测量一次。

7.6.3 当体积曲线分阶段符合上述典型情况时，上、下部层面测量应分阶段按其特点依上述规定进行。

7.6.4 当体积曲线呈平滑斜降型时（属结焦性不好的煤，Y值一般在7 mm以下），胶质层上、下部层面往往不明显，总是一穿即达杯底。遇此种情况时，可暂停20~25 min，使层面恢复，然后，以每15 min不多于一次的频数测量上部和下部层面，并力求准确地探测出下部层面的位置。

7.6.5 如果煤在试验时形成流动性很大的胶质体，下部层面的测定可稍晚开始，然后每隔7~8 min测量一次，到620℃也应堵孔。在测量这种煤的上、下部胶质层层面时，应特别注意，以免探针带出胶质体或胶质体溢出。

7.7 当温度到达730℃时，试验结束。此时调节记录笔使之离开转筒，关闭电源，卸下砝码，使仪器冷却。

7.8 当胶质层测定结束后，必须等上部砖垛完全冷却，或更换上部砖垛方可进行下一次试验。

7.9 在试验过程中，当煤气大量从杯底析出时，应不时地向电热元件吹风，使从杯底析出的煤气和炭黑烧掉，以免发生短路，烧坏硅碳棒、镍铬线或影响热电偶正常工作。

7.10 如试验时煤的胶质体溢出到压力盘上，或在香烟纸管中的胶质层层面骤然高起，则试验应作废。

8 结果表述

8.1 曲线的加工及胶质层测定结果的确定

8.1.1 取下记录转筒上的毫米方格纸，在体积曲线上方水平方向标出温度（按本方法7.1规定所达到的温度），在下方水平方向标出“时间”作为横坐标。在体积曲线下方、温度和时间坐标之间留一适当位置，在其左侧标出层面距杯底的距离作为纵坐标。根据记录表上所记录的各个上、下部层面位置和相应的“时间”的数据，按坐标在图纸上标出“上部层面”和“下部层面”的各点，分别以平滑的线加以连接，得出上、下部层面曲线。如按上法连成的层面曲线呈“之”字型，则应通过“之”字型部分各线段的中部连成平滑曲线作为最终的层面曲线(如图1)。

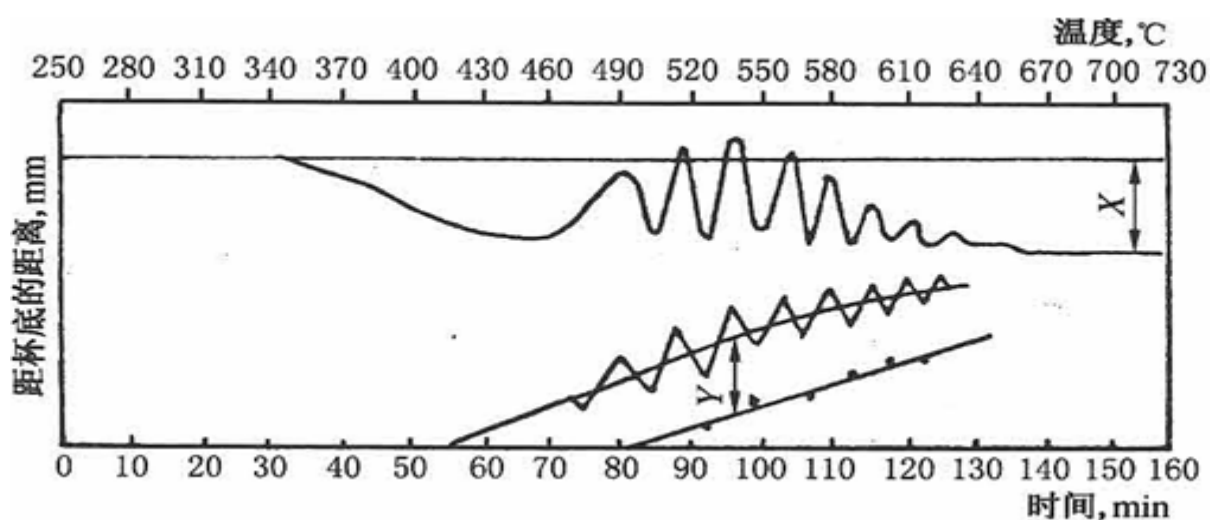


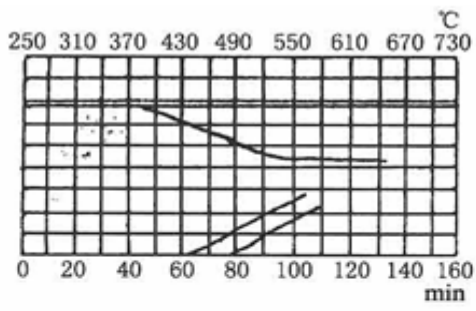
图1 胶质层曲线加工示意图

8.1.2 取胶质层上、下部层面曲线之间沿纵坐标方向的最大距离（读准到0.5 mm）作为胶质层最大厚度Y(如图1)。

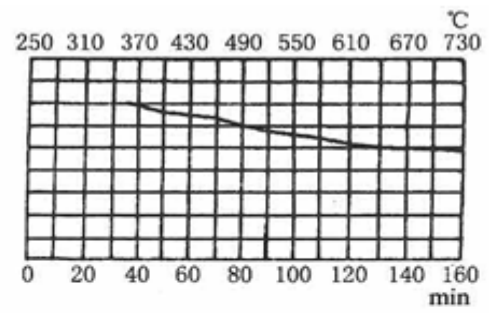
8.1.3 取730℃时体积曲线与零点线间的距离（读准到0.5 mm）作为最终收缩度X（如图1）。

8.1.4 将整理完毕的曲线图，标明试样的编号，贴在记录表上一并保存。

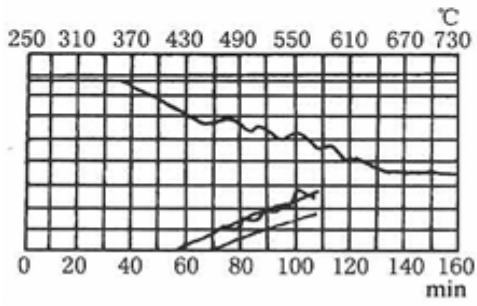
8.1.5 体积曲线类型用下列名称表示（图2）：



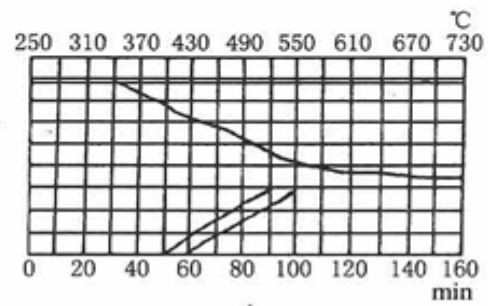
a



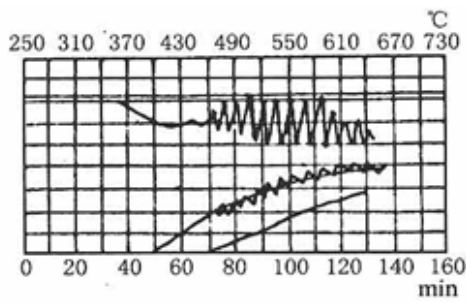
b



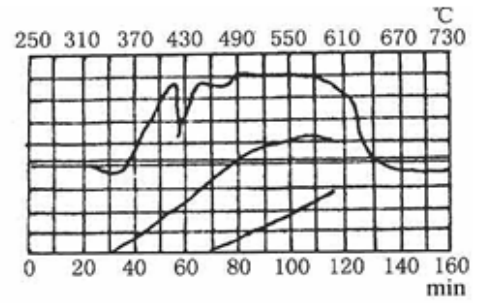
c



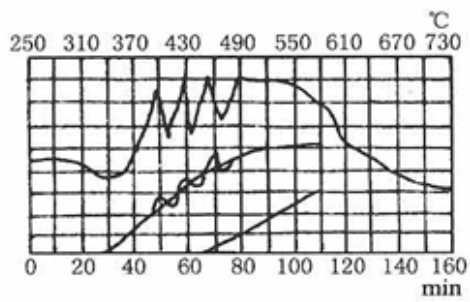
d



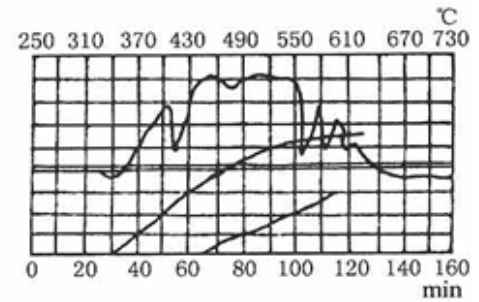
e



f



g



h

图2 胶质层体积曲线类型图

平滑下降型，图2a；

平滑斜降型，图2b；

波型，图2c；

微波型，图2d；

“之”字型，图2e；

山型，图2f；

“之”山混合型，图2g和图2h。

8.2 取前杯和后杯重复测定的算术平均值，计算到小数后一位，然后修约到0.5，作为试验结果报出。

9 方法精密度

烟煤胶质层指数测定方法的重复性限如表1规定。

表1 重复性限

参数		重复性限
Y值	≤20mm	1mm
	>20mm	2mm
X值		3mm

自动胶质层指数测定操作规程

一、开机前检查

1、检查仪器设备电源线引入处接线头是否脱落或有无松动情况，设备各零固件是否完好，设备是否能正常工作。

2、做好装煤前的准备工作：用金刚砂布清理干净煤杯、杯底盘、热电偶管及压力盘上遗留的焦屑等一系列准备工作。

二、开机准备

1、按照《烟煤胶质层指数测定的操作步骤》中第6.6节的步骤装煤杯。

2、将装好的煤杯放入上部砖垛的炉孔中，把压力盘与杠杆连接起来，挂上砝码，调节杠杆到水平。

3、取下定位器，把探针定位器转在压板上，调节机械臂使探针定位器的小孔中心，然后用机械臂栓固定机械臂。

4、把热电偶放在热电偶铁管中，把位移传感器的挂钩挂到杠杆的铁杆上。

三、开机检测

1、打开电控箱的开关，准备进行试验。

2、打开电脑进入自动胶质层指数测定系统主界面，单击工具栏中“添加试样”，将弹出熔炉选择对话框，根据试验需要选择“前炉”或“后炉”，假如是双炉就再单击“添加试样”。

3、添加试样后，在监控窗口中设置好时间，试样资料等。

4、点击开始测试，等待测试完毕后，系统将会自动结束试验，自动保存试验数据。

5、试验结束后，断掉电源，做好清洁卫生，做好设备记录。

焦炭试样的采取和制备的操作规程

1 适用范围

本方法规定了焦炭取样和制备的相关术语和定义、取样地点、设备工具，工业分析试样和物理性能检验试样的采取制备方法。

本方法适用于焦炭的工业分析和物理性能检验试样的采取和制备。

2 术语和定义

2.1 批和批量

以一次交货的同一规格的焦炭为一批，构成一批焦炭的质量称为批量。

2.2 基本批量:规定的最小批量。

2.3 份样

由一批焦炭中的一个部位，取样工具动作一次（当人工采样时可连续数次）所取得的焦炭试样。

2.4 副样:由一批焦炭中采取的部分份样组成的试样。

2.5 大样:由一批焦炭的全部份样或全部副样组成的试样。

2.6 试样重用

将全部试样用于测定某一项目，然后把该试样的一部分或全部经制备后，用于测定其他项目。例如，将试样进行筛分分析以后，再用其中部分筛级试样测定转鼓强度。

2.7 备用试样

已经制备或未经制备留作用于测定某一检验项目的试样。

2.8 最大粒度:95%以上焦炭能通过的最小筛孔尺寸。

3 一般规定

3.1 水分试样

3.1.1 水分试样采出后，应立即放入有密封盖耐腐蚀的储样桶或不渗水的其他密封容器内。当每个份样放入后应立即将盖盖严。

3.1.2 装有水分试样的储样桶应远离热源和避免阳光直射。试样采取后

应及时制备,如果焦炭批量过大或两次运送焦炭间隔时间较长而影响测定结果时,应按运送焦炭时间将份样分别制成副样,测定副样水分,以副样水分加权平均结果作为该批焦炭水分测定结果。也可将副样按份样比例混匀后缩分测定水分。

3.1.3 为减少制备操作过程中焦炭试样水分的损失,破碎应采用机械设备,破碎和缩分总操作时间不得超过 15min。批量大的焦炭水分试样,操作时间超过 15min 时,可划分成若干个副样制备。港口焦炭制样经过精密密度校核试验后,可适当延长制样操作时间。

3.1.4 明显潮湿的试样,经制样影响测定结果时,应将试样连同容器全部称量,然后在温暖而通风良好的房间中,将试样放在钢板上铺成薄层进行空气干燥,或在容积较大的烘箱中进行不完全干燥,自然冷却。称量容器和干燥后的试样。记录各次称量质量并计算质量损失百分比(于制样记录中),同时将损失百分比住在检验委托单或试样标签上送化验室,以便校正全水分测定结果。

3.1.5 选择衡器精密度应适当,衡器最大称量不应大于试样质量的 5 倍,最小分度值应小于最大称量的 1/1000。

3.1.6 本方法采样、制样和测定的总精密度在置信度为 95%的情况下为 $\pm 1.0\%$ (绝对值),水分大于 10%的焦炭总精密度为 $\pm 10.0\%$ (相对值)。

3.2 份样数量和质量

本方法所列的份样数量和质量是达到规定的取样精密度应采取的最少份样数量和最少份样质量。实际批量少于基本批量时,份样数量与份样质量不得按基本批量与实际批量的质量比例递减。对于大批量的焦炭取样份样数,应在基本采样份样数(表 2)的基础上,乘以式(1)试验因数,

份样质量保持不变。亦可将大批量的焦炭划分成若干个部分，从中按规定采出份样数。

大批量采取份样数需乘的试验因数按式（1）计算：

$$\sqrt{\frac{\text{实际交货批量 (t)}}{\text{基本批量 (t)}}} \quad (1)$$

4 采样

4.1 采样地点

4.1.1 焦化厂运输皮带转到炼铁厂的运输皮带的转运地点；

4.1.2 焦仓或漏嘴直接放焦的落下地点；

4.1.3 装卸车、船或倒堆运输皮带的转运地点；

4.1.4 装卸车、船的过程中，在车厢、船仓内或焦炭堆的不同层布点；

4.1.5 运送焦炭的运输皮带上。

4.2 批量

4.2.1 基本批量为 500t。日常生产允许以每班发运的焦炭为一个批量；当每班发运的焦炭不足 200t 时，也允许以每日发运的焦炭为一个批量。

4.2.2 港口外运焦炭，以每船发运的焦炭为一批量。

4.3 份样份数和质量的确定

4.3.1 一批焦炭的最少份样份数按表 2 确定，批量大于 500t 的份样份数按 3.2 方法增加。船舶和大堆采样需再增加到 1.3 倍。

表 2 焦炭基本批量应采取的最少份样数

样别	工业分析	转鼓	筛分	落下
份样份数/个	12	15	15	10
注：筛分分析试样可作为测定机械强度的重用试样。				

4.3.2 份样质量按表 3 确定。当焦炭粒度较小，试样量不足 2 个转鼓试样量和 3 个落下试验时，应相应增加采样份样份数或份样质量。

表 3 从焦炭中应采取的最少份样质量

粒度范围/mm	<25	≥25~<40	≥40~<80	≥80
最少份样质量/kg	1	2	5	15

4.4 从焦炭流中采样的操作步骤

4.4.1 皮带输送机运送焦炭时，采取份样的间隔根据批量和每批应采取的份样份数确定；

a) 焦炭移动的过程中按一定质量或时间间隔用采样工具采取份样。

b) 运输皮带转动速度不大于 1.5m/s、焦炭厚度不大于 0.3m 时的人工采取。

c) 停止的皮带上扒取试样，每个试样要扒取全断面，扒取长度不小于焦炭最大粒度的 2.5 倍。

采取第一个份样可在第一个间隔内随机确定，但不可在第一个间隔的起点开始。以后采取的份样按计算的间隔采取。如果按固定的间隔采取的份样数已经满足，而运送焦炭还未停止，仍应按原定间隔继续采取份样，直到整批焦炭运完为止。接取试样时不应将采样器具接取过满，以免大块试样溢出，造成检验结果系统误差。

4.4.2 焦仓或漏嘴处采样的操作步骤

从焦仓或漏嘴处焦流采取试样方法同(4.4.1a)。

4.4.3 装卸车、船或倒堆采用皮带运输机的采样一般方法同 4.4.1。但无条件安装机械采样斗时，可按 4.4.4 方法进行。

4.4.4 装卸车、船或倒堆过程中的其他采样方法。

4.4.4.1 大堆采样：在装卸焦炭的过程中，从焦炭堆上分层采样。将全批焦炭需采取的份样按装卸或倒运焦炭质量比例在大堆若干层分布，份样在各层的新料面上均匀分布采取。采样分层的厚度一般不超过3m。采取每个份样时应注意它能近似地代表该部位焦炭，特别在采取份样时，大颗粒焦炭不允许任意采入或从取样铲掉出。料面倾斜时，先用取样铲把采样部位上方边部的焦炭挖走，使采样部位侧壁斜角大于焦炭静止角，以免使侧壁焦炭颗粒顺边掉下。

每层焦炭采取的份样份数按式（2）确定：

$$\text{每层份样份数} = \text{总份样份数} \times \frac{\text{每层质量}}{\text{总质量}} \quad (2)$$

4.4.4.2 车厢中采样

车厢采取焦炭试样，应在装卸车过程的新料面上进行。将新料面划分成大致相等的12份，根据焦炭批量大小和应采取的份样数，在每个车厢随机地选取若干个部分，在选定的每个部分分别采取有代表性的份样一个。

4.4.4.3 货船上采样

货船上采取焦炭试样，也需在装卸过程中采取。将货仓应装卸的焦炭分成若干个采样层区。上层区距顶部0.1m~0.2m，下层区需距底部0.1m~0.2m。层区与层区之间不得大于4m。如果装卸焦炭深度小于4m，允许只在一个层区采样。各仓采样的份样数，按各仓焦炭质量比例分配。各仓应采取的份样均匀分布在各层区，铲取的份样粒度比例应有代表性。每层区采取的份样份数按式（2）确定。

4.4.4.4 袋装采样

份样份数按 3.2 确定。份样质量按表 3 确定。份样份数均匀分布在垛位中。当份样份数少于相应垛位数时，每垛至少采取一个份样。

5 焦炭工业分析试样的制备

5.1 主要设备和工具

破碎机、振动破碎研磨机、缩分器、筛子、分样铲、试样盘、毛刷、衡器和恒温干燥箱等。

5.2 试样的制备

5.2.1 全水分试样的制备

将全部焦炭试样破碎到 60mm 以下，充分混匀缩分出不少于 40kg，再破碎到 13mm 以下，缩分成两等份。其中一份用以继续缩分出测定水分的专门试样，另一份用以继续缩制出其他分析用试样。混匀方法见 5.3.1，缩分方法见 5.3.2。将水分用的试样缩分出 1kg，再缩分成两等份，分别置于两个有严密的磨口瓶中。一份作为测定水分用，另一份作保留样。

5.2.2 分析试样的制备

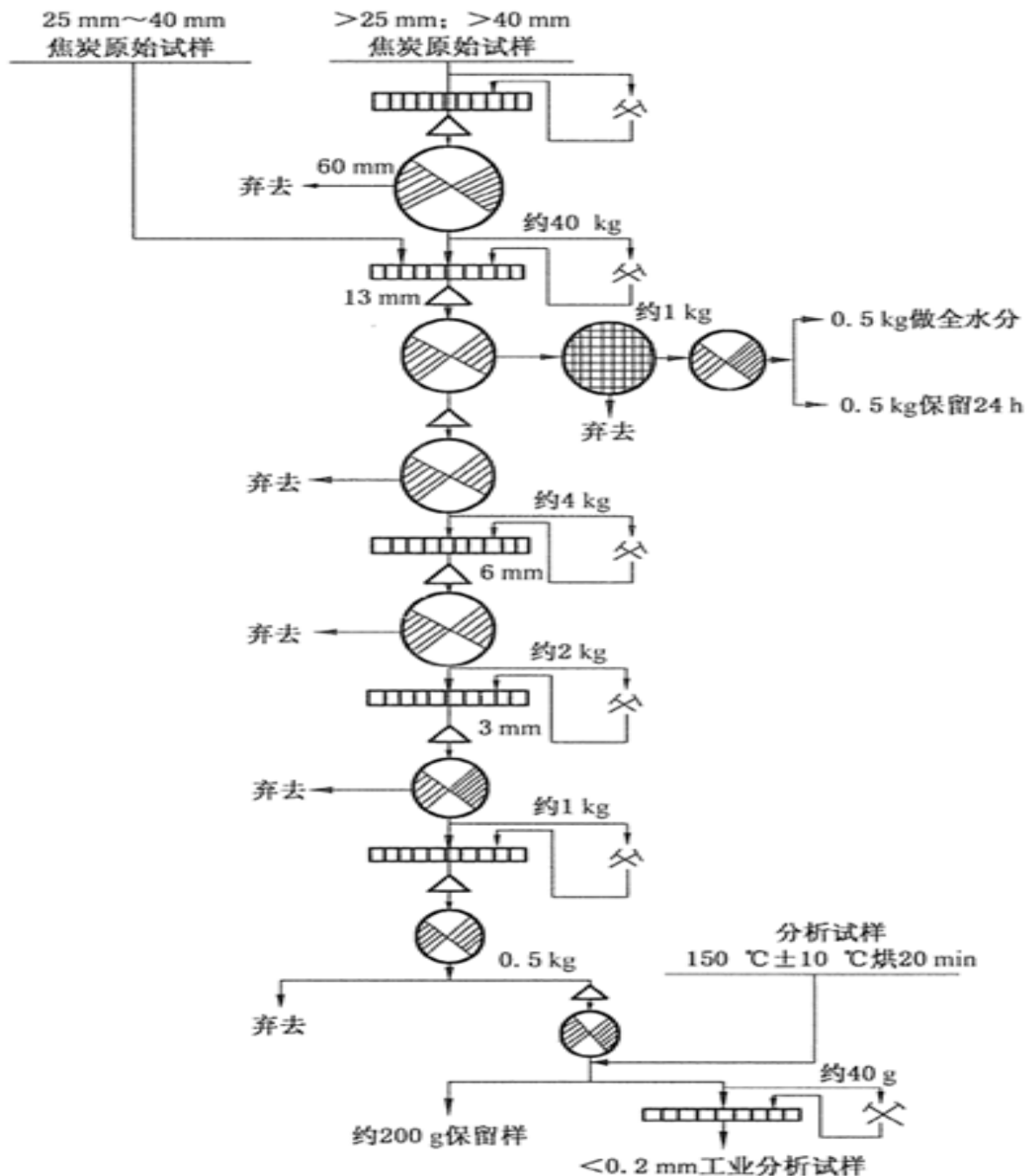
将破碎到小于 13mm 的另一份试样，混匀后缩分出不少于 4kg，再破碎到 6mm 以下，混匀缩分出不少于 2kg，再破碎到 3mm 以下，混匀缩分出 1kg。将 1kg 试样全部破碎到 1mm。如果试样潮湿，影响加工，可将 1kg 试样置于 150℃±10℃ 的干燥箱内干燥 20min 后再加工破碎。将破碎到 1mm 的试样混匀缩分出 40g，破碎到 0.2mm 以下，装入磨口瓶中贴附标签，送分析室分析。其余小于 1mm 的试样缩分出约 200g，装于磨口瓶中，作为保留样，发货后保留期限一般为 1 个月或由双方协商确定保留时间。试样缩分基准见表 4，缩分流程见图 2。

5.2.3 因在制样过程中带入铁屑，明显影响试验结果可用磁铁吸出。出

口商品焦炭不允许用磁铁吸出。

表 4 试样缩分基准

试样全通过的筛级/mm	60	13	6	3	1
缩分质量不少于/kg	40	4	2	1	0.04



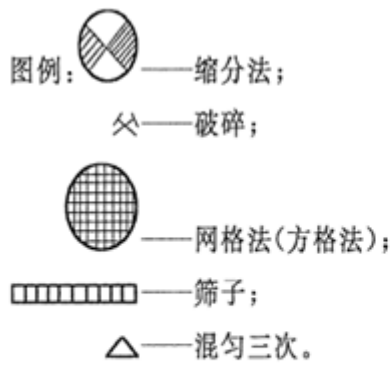


图 2 焦炭试样缩分流程图

5.3 混匀和缩分方法

5.3.1 混匀方法

混匀是为了最大限度地减少缩分误差。混匀可采用下列方法之一，也可几种方法并用。混匀过程中需避免试样损失和粉尘飞散。

5.3.1.1 堆锥混匀法

把已破碎到规定粒度（必要时进行过筛检查）的试样，用铲铲起堆成圆锥体。再交互地从试样堆两边对角贴底逐渐铲起堆成另一个圆锥体，每次铲起的试样不应过多，并应分 2~3 次撒落在新堆顶端，使其均匀地落在堆的四周。堆成锥体的过程中，堆顶中心位置不得移动。如此反复三次，使试样粒度分布均匀。

5.3.1.2 平铺混匀法

把已破碎到规定粒度的试样，用铲铲起铺成扁平的方形堆。铺堆时应两人对面操作，并分层铺撒。一人操作时，可铺撒一层交换一次位置。每次铲起的试样不应过多，并应分 2~3 次依次铺撒。全部试样铺成扁平堆至少要 3 层，每铺成一个完整的扁平方堆叫混匀一次。第二次混匀时应从第一个堆侧面贴底依次逐铲铲起试样，用同样方法再铺成一个新的扁平方堆。如此反复 3 次，使试样粒度分布均匀。扁平堆各部厚度应大致一致，

其厚度约为试样最大粒度的 3.5 倍或不大于 50mm。

5.3.1.3 二分器法

将试样连续地通过二分器 2~3 次，每次通过后再把两份试样重新混合在一起。入料时簸箕需向一侧倾斜，并使试样均匀散落在每个沟槽中。二分器的沟槽宽度应为试样最大粒度的 2~3 倍。

5.3.2 试样的缩分

5.3.2.1 堆锥四分法

将用堆锥混合后的试样，从堆的顶端中心向周围均匀摊开（试样量大时）或压平（试样量小时）成扁平体。扁平体厚度要适当，一般应为试样最大粒度的 3 倍或不大于 50mm。通过扁平体中心划一个“十”字，将试样分成四个相等的扇形体，把相对的两个扇形体弃去，留下两个扇形体。若留下的两个扇形体质量大于缩分基准，可继续缩分至不少于基准规定的质量。

5.3.2.2 网格缩分法

在用平铺混匀的扁平试样堆上，划分若干条纵向与横向彼此距离相等的直线，使试样形成若干个大小相等的正方形或长方形，用采样铲贴底从每个方形内各取一铲合并作为缩分所得试样。为防止取出的试样大颗粒滑落，铲样时要同时用挡板插至试样底部。缩分大样不少于 20 个方格；缩分副样不少于 12 个方格；缩分份样不少于 4 个方格。

5.3.2.3 二分器缩分法

选用二分器槽的宽度与试样最大粒度相适应。把试样从容器中连续不断地送入二分器。为确保试样均匀地分布在所有沟槽中，给料容器（簸箕）宽度应与二分器长度相吻合。要控制给料速度使试样自由落下不堵塞沟

槽。取任一边的试样为缩分所得样。若连续缩分试样，应由二分器两边交互地取出。

冶金焦炭的焦末含量及筛分组成的测定方法

1 执行国标代号：GB/T2005——1994

2 适用范围

本方法规定了测定粒度大于25mm冶金焦炭的焦末含量及筛分组成的方法提要、设备、试验操作步骤、结果计算等。

本方法适用于粒度大于40mm的大块焦，大于25mm的大中块焦和25~40mm的中块焦的焦末含量及冶金焦炭筛分组成的测定。

3 方法提要

将冶金焦炭试样用机械筛进行筛分，计算出各粒级的质量占试样总质量的百分数，即为筛分组成。小于25mm的焦炭质量占试样总质量的百分数，即为焦末含量。

4 主要设备

4.1 方孔机械筛或手动标准方孔筛，筛子级别：80mm、60mm、40mm、25mm

4.2 方孔筛片的技术要求

4.2.1 筛片用冲床冲孔，冲孔后不允许用锤子打平其边缘。安装时将冲孔毛刺朝下，用砂轮将毛刺打平。

4.2.2 所有冲孔必须完整的包括在1630mm × 690mm有效面积内。

4.2.3 各级筛片的筛孔任一边长超过标称值2%，即为废孔。废孔数超过

筛孔总数的10%时，需更换筛片。

4.3 计量称：感量0.1kg。每次使用前要校正零点。

5 焦末含量和筛分组成的操作步骤

5.1 将采取的试样连续缓慢均匀地加入机械筛（或手动标准方孔筛）进行筛分，并保持试样在筛面上不出现重叠现象，将试样分成大于80mm、80mm~60mm、60mm~40mm、40mm~25mm及小于25mm的五个粒级焦炭。

6.2 筛分试样全部筛完后，分别称量各粒级焦炭的质量（称准至0.1kg），并计算各粒级焦炭质量占总量的百分数。其中小于25mm焦炭质量占总量的百分数，即为焦末含量。

7 结果的计算

各粒级百分数(S_i) %按下式计算：

$$S_i = \frac{m_i}{m} \times 100$$

式中： S_i — 各粒级筛分百分数，%；

m_i — 各粒级试样质量，kg；

m — 试样总质量，kg。

焦炭工业分析测定方法的操作步骤

1 执行国标代号：GB/T2001——1991

2 适用范围

本方法规定了测定焦炭水分、灰分、挥发分、固定碳的方法提要、试验仪器和设备、试验步骤、试验结果的计算及精密度。

本方法适用于焦炭水分、灰分、挥发分、固定碳的测定。

3 焦炭水分测定方法

3.1 方法提要

称取一定质量的焦炭试样，置于干燥箱中，在一定的温度下干燥至质量恒定，以焦炭试样的质量损失计算水分的百分含量。

3.2 试剂

3.2.1 变色硅胶：工业用品。

3.2.2 无水氯化钙：化学纯，粒状。

3.3 仪器和设备

3.3.1 干燥箱：带有自动调温装置，能保持温度 170~180℃ 和 105~110℃。

3.3.2 浅盘：由镀锌薄铁板或薄铝板制成。

3.3.3 玻璃称量瓶：直径 40 mm，高 25mm，并附有严密的磨口盖。

3.3.4 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

3.3.5 分析天平和电子天平：感量 0.0001 g。

3.3.6 托盘天平：感量 1 g。

3.4 操作步骤

3.4.1 全水分的测定

3.4.1.1 用预先干燥并称量过的浅盘称取粒度小于 13mm 的试样约 500 g（称准至 1g），铺平试样。

3.4.1.2 将装有试样的浅盘置于 170~180℃ 的干燥箱中，1 h 后取出，冷却 5 min，称量。

3.4.1.3 进行检查性干燥，每次 10min，直到连续两次质量差在 1g 内为止，计算时取最后一次的质量。

3.4.2 分析试样水分的测定

3.4.2.1 用预先干燥至质量恒定并已称量的称量瓶迅速称取粒度小于 0.2 mm 搅拌均匀的试样 $1 \pm 0.05\text{g}$ （称准至 0.000 2 g），平摊在称量瓶中。

3.4.2.2 将盛有试样的称量瓶开盖置于 105~110℃ 干燥箱中干燥 1 h，取出称量瓶立即盖上盖，放入干燥器中冷却至室温（约 20min），称量。

3.4.2.3 进行检查性干燥，每次 15 min，直到连续两次质量差在 0.001 g 内为止，计算时取最后一次的质量，若有增重则取增重前一次的质量为计算依据。

3.5 试验结果的计算

3.5.1 全水分按式（1）计算：

$$M_t = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中：

M_t ——焦炭试样的全水分含量，%；

m ——干燥前焦炭试样的质量，g；

m_1 ——干燥后焦炭试样的质量，g。

3.5.2 分析试样水分按式（2）计算：

$$M_{ad} = \frac{m - m_1}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中：

M_{ad} ——分析试样的水分含量，%；

m ——干燥前分析试样的质量，g；

m_1 ——干燥后分析试样的质量，g。

试验结果取两次试验结果的算术平均值。

3.6 精密度

重复性 r ，不得超过下表的规定值：

	M_{ad}	M_t		
		<5.0	5.0~10.0	>10.0
水分范围，%	—	<5.0	5.0~10.0	>10.0
重复性 r ，%	0.2	0.4	0.6	0.8

4 焦炭灰分测定方法

4.1 方法提要

称取一定质量的焦炭试样，于 815℃ 下灰化，以其残留物的质量占焦炭试样质量的百分数作为灰分含量。

4.2 试剂

4.2.1 变色硅胶：工业用品。

4.2.2 无水氯化钙：化学纯，粒状。

4.3 仪器和设备

4.3.1 箱形高温炉：带有测温和控温装置，能保持温度在 $815 \pm 10^\circ\text{C}$ ，炉膛具有足够的恒温区。

4.3.2 灰皿：瓷质。

4.3.3 灰皿夹：由耐热金属丝制成，也可使用坩埚钳。

4.3.4 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙干燥剂。

4.3.5 分析天平和电子天平：感量 0.000 1g。

4.4 操作步骤

4.4.1 方法一（仲裁法）

4.4.1.1 用预先于 $815 \pm 10^\circ\text{C}$ 灼烧至质量恒定的灰皿，称取粒度小于 0.2 mm 并搅拌均匀的试样 $1 \pm 0.05\text{g}$ （称准至 0.000 2g），并使试样铺平。

4.4.1.2 将盛有试样的灰皿送入温度为 $815 \pm 10^\circ\text{C}$ 的箱形高温炉炉门口，在 10min 内逐渐将其移入炉膛恒温区，关上炉门并使其留有约 15mm 的缝隙，同时打开炉门上的小孔和炉后烟囱，于 $815 \pm 10^\circ\text{C}$ 下灼烧 1 h。

4.4.1.3 1h 后，用灰皿夹或坩埚钳从炉中取出灰皿，放在空气中冷却约 5min，移入干燥器中冷却至室温（约 20min），称量。

4.4.1.4 进行检查性灼烧，每次 15min，直到连续两次质量差在 0.001g 内为止，计算时取最后一次的质量，若有增重则取增重前一次的质量为计算依据。

4.4.2 方法二

4.4.2.1 用预先于 $815 \pm 10^\circ\text{C}$ 灼烧至恒量的灰皿，称取粒度小于 0.2 mm 并搅拌均匀的试样 $0.5 \pm 0.05\text{g}$ （称准至 0.0002g），并使试样铺平。

4.4.2.2 将盛有试样的灰皿送入温度为 $815 \pm 10^\circ\text{C}$ 的箱形高温炉的炉门口，在 10min 内逐渐将其移入炉子的恒温区，关上炉门并使其留有约 15mm 的缝隙，同时打开炉门上通气小孔和炉后烟囱，于 $815 \pm 10^\circ\text{C}$ 下灼烧 30min。

4.4.2.3 同 4.4.1.3。

4.4.2.4 同 4.4.1.4。

4.5 试验结果的计算

4.5.1 分析试样的灰分按式（3）计算：

$$A_{ad} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (3)$$

式中：

A_{ad} ——分析试样的灰分含量，%；

m ——焦炭试样质量，g；

m_1 ——灰皿中残留物的质量，g。

4.5.2 干燥试样灰分按式（4）计算：

$$A_d = \frac{A_{ad}}{100 - M_{ad}} \times 100 \quad (4)$$

式中：

A_d ——干燥试样的灰分含量，%；

A_{ad} ——分析试样的灰分含量，%；

M_{ad} ——分析试样的水分含量，%。

4.5.3 试验结果取两次试验结果的算术平均值。

4.6 精密密度

重复性 r ：不大于 0.20%； 再现性 R ：不大于 0.30%。

5 焦炭挥发测定方法

5.1 方法提要

称取一定质量的焦炭试样，置于带盖的坩埚中，在 900℃ 下，隔绝空气加热 7min，以减少的质量占试样质量的百分数，减去该试样的水分含量。

5.2 试剂

5.2.1 变色硅胶：工业用品。

5.2.2 无水氯化钙：化学纯，粒状。

5.3 仪器和设备

5.3.1 挥发分坩埚：带严密盖的瓷坩埚，坩埚总质量为 18~22g，其中盖的质量为 5~6g。

5.3.2 箱形高温炉：带有测温和控温装置，能保持温度在 $900 \pm 10^\circ\text{C}$ ，炉膛具有足够的恒温区，炉子的热容量应该是：当起始温度为 900°C 时，放入室温下的坩埚架和若干坩埚，关闭炉门后，在 3min 内炉温应恢复到 $900 \pm 10^\circ\text{C}$ 。

5.3.3 坩埚架：用镍铬丝或其它耐热金属丝制成。

5.3.4 坩埚架夹：由镍铬丝或耐热金属丝制成，也可用坩埚钳。

5.3.5 分析天平和电子天平：感量 0.0001g。

5.3.6 秒表。

5.3.7 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

5.4 操作步骤

5.4.1 用预先于 $900 \pm 10^\circ\text{C}$ 温度下灼烧至质量恒定的带盖瓷坩埚，称取粒度小于 0.2mm 搅拌均匀的试样 $1 \pm 0.01\text{g}$ （称准至 0.0001g），使试样摊平，盖上盖，放在坩埚架上。

注：如果测定试样不足六个，则在坩埚架的空位上放上空坩埚补位。

5.4.2 打开预先升温至 $900 \pm 10^\circ\text{C}$ 箱形高温炉炉门，迅速将装有坩埚的架子送入炉中的恒温区内，立即开动秒表记时，并关好炉门，使坩埚连续加热 7min。坩埚和架子放入后，炉温会有所下降，但必须在 3min 内使炉温恢复到 $900 \pm 10^\circ\text{C}$ ，并继续保持此温度到试验结束，否则此次试验作废。

5.4.3 到 7 min 立即从炉中取出坩埚，放在空气中冷却约 5min，然后移入干燥器中冷却至室温（约 20 min），称量。

5.5 试验结果的计算

5.5.1 分析试样的挥发分按式 (5) 计算:

$$V_{ad} = \frac{m - m_1}{m} \times 100 - M_{ad} \quad (5)$$

式中: V_{ad} ——分析试样的挥发分含量, %;

m ——试样的质量, g;

m_1 ——加热后焦炭残渣的质量, g;

M_{ad} ——分析试样的水分含量, %。

5.5.2 干燥无灰基挥发分按式 (6) 计算:

$$V_{daf} = \frac{V_{ad}}{100 - (M_{ad} + A_{ad})} \times 100 \quad (6)$$

式中: V_{daf} ——干燥无灰基挥发分含量, %;

A_{ad} ——分析试样的灰分含量, %;

M_{ad} ——分析试样的水分含量, %。

5.5.3 试验结果取两次试验结果的算术平均值。

5.6 精密度

重复性 r : 不大于 0.30%; 再现性 R : 不大于 0.40%。

6 焦炭固定碳测定方法

6.1 方法提要

用已测出的水分含量、灰分含量、挥发分含量进行计算, 求出焦炭固定碳含量。

6.2 固定碳的计算

分析试样固定碳按式 (7) 计算:

$$FC_{ad} = 100 - M_{ad} - A_{ad} - V_{ad} \quad (7)$$

式中： FC_{ad} ——分析试样的固定碳含量，%；

M_{ad} ——焦炭分析试样的水分含量，%；

A_{ad} ——焦炭分析试样的灰分含量，%；

V_{ad} ——焦炭分析试样的挥发分含量，%。

焦炭机械强度的测定方法的操作步骤

1 执行国标代号：GB/T2006——2008

2 适用范围

本方法规定了测定粒度大小 60mm、25mm 焦炭的机械强度的方法原理、仪器和设备、试样的采取和制备、试验步骤、结果的计算及精密度等。

本方法适用于粒度不小于 25mm 焦炭的机械强度的测定。小于 25mm 的焦炭也可参照使用。

3 原理

焦炭在转动的鼓中，不断地被提料板提起，跌落在钢板上。在此过程中，焦炭由于受机械力的作用，产生撞击、摩擦，使焦块沿裂纹裂开来以及表面被磨损，用以测定焦炭的抗碎强度和耐磨强度。

4 仪器和设备

4.1 转鼓：

4.1.1 转鼓每季度标定一次转数。如 100 转超过 $4\text{min} \pm 10\text{s}$ ，应及时调整。

4.1.2 每半年检查一次转鼓磨损情况，用测厚仪测量转鼓的厚度，鼓壁任一点小于 5mm 时，转鼓应更换。鼓内任一根角钢磨损深度达到 5mm 部分的总和超过 500mm，即需修补或更换。

4.2 圆孔筛

4.2.1 孔径分别为 10mm、25mm、40mm、60mm。

4.2.2 筛孔每季度检查一次，任何一个孔的直径超过允许偏差时，即为废孔，当废孔率超过 10%时，需及时更换。

4.3 计量秤：感量 0.1kg。每次试验前要校正零点。

4.4 其他：容器、铁锹、扫帚和小铲等。

5 操作步骤

5.1 方法一（ $\geq 25\text{mm}$ 按比例入鼓）

5.1.1 按各粒级筛分比例称取转鼓试样（不包括小于 25mm 部分），每份试样为 50kg（称准至 0.1kg）。每次试验最少应取两份试样。

5.1.2 将其中一份试样，小心放入已清扫干净的鼓内，关紧鼓盖，取下转鼓摇把，开动转鼓，100 转后停鼓，静置 1min~2min，使粉尘降落后，打开鼓盖，把鼓内焦炭倒出，并仔细清扫，收集鼓内鼓盖上的焦粉。

5.1.3 将出鼓的焦炭依次用直径 25mm 和 10mm 的圆孔筛进行筛分，大于 25mm 部分必须进行手穿孔。

5.1.4 筛分时，每次入筛量不超过 15kg，既要力求筛净，又要防止用力过猛使焦炭受撞而破碎。

5.1.5 允许采用机械筛，但须与手筛进行对比试验，无显著性差异，方可使用。当有争议时，以手筛为准。

5.1.6 分别称量大于 25mm、25mm~10mm 及小于 10mm 各粒级焦炭的质量（称准至 0.1kg），其总和与入鼓焦炭质量之差为损失量，当损失量大于 0.3kg 时，该试验无效，小于 0.3kg 时，则计入小于 10mm 一级中。

5.2 方法二（>60mm 入鼓）

5.2.1 将试样用直径 60mm 的圆孔筛进行人工筛分，并进行手穿孔（即筛上物用手试穿过筛孔，只要在一个方向可穿过筛孔者，均做筛下物计）。筛分时，每次入筛量不超过 15kg，力求筛净，又要防止用力过猛使焦炭受撞而破碎。称取 50kg（称准至 0.1kg）筛上物（大于 60mm 的焦炭），置于待入鼓的容器内，余下部分为备用样。

5.2.2 将其中一份试样，小心放入已清扫干净的鼓内，关紧鼓盖，取下转鼓摇把，开动转鼓，100 转后停鼓，静置 1min~2min，使粉尘降落后，打开鼓盖，把鼓内焦炭倒出，并仔细清扫，收集鼓内鼓盖上的焦粉。

5.2.3 将出鼓的焦炭依次用直径 40mm 和 10mm 的圆孔筛进行筛分，大于 40mm 部分必须进行手穿孔。

6.2.4 筛分时，每次入筛量不超过 15kg，既要力求筛净，又要防止用力过猛使焦炭受撞而破碎。

6.2.5 允许采用机械筛，但须与手筛进行对比试验，无显著性差异，方可使用。当有争议时，以手筛为准。

6.2.6 分别称量大于 40mm、40mm~10mm 及小于 10mm 各粒级焦炭的质量（称准至 0.1kg），其总和与入鼓焦炭质量之差为损失量，当损失量不小于 0.3kg 时，该试验无效，小于 0.3kg 时，则计入小于 10mm 一级中。

7 结果的计算

抗碎强度 M_{25} 或 M_{40} (%) 按式 (1) 计算：

$$M_{25} \text{ 或 } M_{40} = \frac{m_1}{m} \times 100 \quad (1)$$

耐磨强度 M_{10} (%) 按式 (2) 计算:

$$M_{10} = \frac{m_2}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中: m ——入鼓焦炭的质量, 单位为千克 (kg);

m_1 ——出鼓后大于 25mm 或 40mm 焦炭的质量, 单位为千克(kg);

m_2 ——出鼓后小于 10mm 焦炭的质量, 单位为千克 (kg)。

8 精密度

重复性 r 见表 2。

表 2 重复性 r

指标	M_{25}	M_{40}	M_{10}
重复性 $r/\% \leq$	2.5	3.0	1.0

焦炭反应性及反应后强度试验方法的操作步骤

1 执行国标代号: GB/T4000——2008

2 适用范围

本方法规定了测定焦炭反应性及反应后强度试验方法的原理、试验仪器、设备和材料、试样的制备、试验步骤、结果的计算及精密度。

本方法适用高炉炼铁用焦的焦炭反应性及反应后强度的测定, 其他用途焦炭可参照执行。

3 原理

称取一定质量的焦炭试样, 置于反应器中, 在 $1100^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 时与二氧

化碳反应 2h 后，以焦炭质量损失的百分数表示焦炭反应性（CRI）。反应后焦炭，经 I 型转鼓试验后，以大于 10mm 粒级焦炭占反应后焦炭的质量分数表示焦炭反应后强度（CSR）。

4 试验仪器、设备和材料

4.1 电炉：底部封闭式加热电炉或底部开口式加热电炉

4.2 反应器：反应器为耐高温合金钢反应器或刚玉质反应器。

4.3 反应后强度试验设备：I 型转鼓，转速 $20\text{r}/\text{min} \pm 1\text{r}/\text{min}$ 。

4.4 二氧化碳供给系统

二氧化碳钢瓶及二氧化碳电加热减压阀：钢瓶内二氧化碳含量 99.99%，二氧化碳电加热减压阀规格为 220V，0~25 MPa。

流量计： $0.6\text{m}^3/\text{h}$ 。如果使用的流量计不是二氧化碳气体流量计，要经过校正，换算成二氧化碳气体流量。

4.5 氮气供给系统

氮气钢瓶及氧压表。钢瓶内氮气含量达到 99.99%。

流量计： $0.25\text{m}^3/\text{h}$ 。

4.6 ϕ 精密温度控制装置

控温范围 $0^\circ\text{C} \sim 1600^\circ\text{C}$ ，精度 0.5 级。

4.7 圆孔筛

孔径 $\phi 10\text{mm}$ 、 $\phi 23\text{mm}$ 、 $\phi 25\text{mm}$ 和 $\phi 23\text{mm}$ 各一个。

4.8 干燥箱

最高使用温度： 300°C 。

4.9 天平

最大称量 500g，感量 0.5g。

4.10 铑-铂热电偶

4.11 板

4.12 高铝球

4.1.3 架

4.14 反应器支架

5 试样的制备

按比例取大于 25mm 焦炭 20kg, 弃去泡焦和炉头焦。用颚式破碎机破碎、混匀、缩分出 10kg, 再用 $\phi 25\text{mm}$ 、 $\phi 23\text{mm}$ 圆孔筛筛分。大于 $\phi 25\text{mm}$ 焦块再破碎、筛分。取 $\phi 23\text{mm}$ 筛上物, 去掉薄片状焦和细条状焦, 保留较厚片状焦和较粗条状焦, 并将较厚片状焦和较粗条状焦用手工修整成颗粒状焦, 用 $\phi 23\text{mm}$ 圆孔筛筛分后与未经过修整的颗粒状焦块混匀。缩分得焦块 2kg, 分两次 (每次 1kg) 置于 I 型转鼓中, 以 20r/min 的转速, 转 50r, 取出后再用 $\phi 23\text{mm}$ 圆孔筛筛分, 将筛上物缩分出 900g 作为试样, 用四分法将试样分成四份, 每份不少于 220g。

注: 试验焦炉的焦炭可以 40mm~60mm 粒级的焦炭进行制样。

将制好的试样放入干燥箱, 在 170℃~180℃ 温度下烘干 2h, 取出焦炭冷却至室温, 用 $\phi 23\text{mm}$ 圆孔筛筛分, 称取 $200\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 待用。

6 操作步骤

6.1 将反应器置于炉内, 在反应器底部平放筛板, 铺高铝球, 确保焦炭装入时反应器内的焦炭层处于电炉恒温区内。

6.2 试样装入反应器

6.2.1 当使用耐高温合金钢反应器时, 将已备好的焦炭试样 $200\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 装入反应器, 并记录焦块颗粒数。热电偶套管插入料层中心位置, 然后将

该反应器直立，用螺丝将盖与反应器筒体固定。将反应器置于炉顶的托架上吊放在电炉内，托架与电炉盖间放置石棉板隔热。在反应器法兰四周围上保温材料，减少散热。

6.2.2 当使用刚玉质反应器时，装入已备好的 $200\text{g} \pm 0.5\text{g}$ 焦炭试样约一半的颗粒，然后插入热电偶套管，再装入另一半焦炭，将热电偶套管穿过反应器盖子上的中心孔，盖上反应器盖子。四周上保温材料，减少散热。

6.3 将测温热电偶插入反应器热电偶套管内（热电偶用高铝质双孔绝缘管及高铝质热电偶保护管保护）。

6.4 将反应器进气管、排气管分别与供气系统、排气系统连接。检查气路，保证严密。

6.5 接通电源，用精密度控制仪调节电炉加热。升温速度为 $8^\circ\text{C}/\text{min} \sim 16^\circ\text{C}/\text{min}$ 。当料层中心温度达到 400°C 时，以 $0.8\text{L}/\text{min}$ 的流量通氮气，保护焦炭，防止其烧损。

6.6 当料层中心温度达到 1050°C 时，接通带预热装置的二氧化碳减压阀的电源插头，预热二氧化碳气瓶出口处，以保证二氧化碳气体稳定流出。当料层中心温度达到 1100°C ，稳定 10min ，切断氮气，改通二氧化碳，流量为 $5\text{L}/\text{min}$ ，记录开始反应时间。通二氧化碳后料层温度应在 $5\text{min} \sim 10\text{min}$ 内恢复到 $1100^\circ\text{C} \pm 5^\circ\text{C}$ 。

6.7 反应 2h ，停止加热。切断二氧化碳气路，改通氮气，流量控制在 $2\text{L}/\text{min}$ 。

6.8 试样的冷却

6.8.1 当使用耐高温合金钢反应器时，可拔掉排气管，将反应器从电路内吊出，放在支架上继续通氮气冷却。

6.8.2 当使用刚玉质反应器时，反应器仍然置于炉内，自然冷却至室温。

6.9 至反应器中的焦炭冷却到 100℃ 以下，停止通氮气。打开反应器上盖，倒出焦炭，称量、记录。

6.10 反应后的焦炭全部装入 I 型转鼓内，以 20r/min 的转速共转 30min。总转数为 600r。然后取出用 $\phi 10\text{mm}$ 圆孔筛筛分、称量筛上物质量、记录。

7 结果计算

7.1 焦炭反应性

焦炭反应性指标以损失的焦炭质量占反应前焦样总质量的百分数表示。焦炭反应性 (CRI) 按 (1) 式计算，数值以 % 表示：

$$\text{CRI} (\%) = (m - m_1) / m \times 100 \quad (1)$$

式中：m——焦炭试样质量，单位为克 (g)；

m_1 ——反应后残余焦炭质量，单位为克 (g)。

7.2 反应后强度

反应后强度指标以转鼓后大于 10mm 粒级焦炭占反应后残余焦炭的质量百分数表示。反应后强度 (CSR) 按 (2) 式计算：

$$\text{CSR} (\%) = m_2 / m_1 \times 100 \quad (2)$$

式中： m_2 ——转鼓后大于 10mm 粒级焦炭质量，单位为克 (g)；

m_1 ——反应后残余焦炭的质量，单位为克 (g)。

7.3 焦炭反应性及反应后强度试验结果均平行试验的算术平均值。

8 精密度

焦炭反应性 (CRI) 及反应后强度 (CSR) 的重复性 r 不得超过下列数值：

CRI: $r \leq 2.4\%$; CSR: $r \leq 3.2\%$ 。

焦化油类产品取样方法

1 执行国标代号：GB/T1999——2008

2 适用范围

本方法规定了焦化油类产品取样的使用工具、试样的采取、检验试样的处理和保管、槽车和铁通水层高度的测定。

本方法第 5 章适用于高温炼焦回收所得到的粗苯及经过洗涤、分馏所制得的苯类产品；回收所得到的稀氨水及经加工制得的浓氨水；回收所得到的轻粗吡啶及经分馏制得的吡啶类产品；高温煤焦油加工所得到的粗酚及经分馏所制得的酚类产品等焦化轻油类产品的试样采取。本标准第 7 章适用于高温炼焦时从煤气中冷凝所得的煤焦油和分馏煤焦油所得的木材防腐油、炭黑用原料油、洗油、葱油、燃料油等焦化粘油类产品的试样采取。

3 术语和定义

3.1 全层样：在容器内从上至下采取液体整个深度获得的试样。

3.2 间隔样：在容器内的液体中按一定高度间隔采取的试样。

3.3 时间比例样：在整批液体输送期间，按规定的时间间隔，从输送管线中取出的相等数量组成的试样。

4 取样工具

4.1 小容器取样管：由玻璃管或内壁光滑的金属管制成。

4.2 带重砣采样管：薄壁采样管，直径 25mm~30mm，内壁光滑，底部重砣可用绳引至管的上口。其材质应不与所取产品起化学反应。

4.3 采样瓶

4.4 全层取样器

4.5 定点取样器

4.6 手摇取样机

4.7 管线取样装置

4.8 盛样容器：容积大于 2000ml，应有合适的塞子或盖。

5 轻油类产品试样的采取

5.1 槽车中采样方法，以每个槽车为一批进行采样。

5.1.1 采样管采取试样：

5.1.1.1 于槽车中采取试样时，用铜或铝制的薄壁采样管（4.2）采样。

5.1.1.2 采样时应注意产品的均匀性，当产品装满槽车后，应迅速在每个槽车中用采样管从产品的整个深度采样。

5.1.1.3 采样时先将重砣提起，使采样管垂直液面，缓缓地将采样管浸至槽车底部，关闭重砣，然后将采样管提起，待管壁外附着液体流下后，再将所采取的试样倒入洁净、干燥、可密闭的容器内，其总量不少于 2000ml。

5.1.2 采样瓶采取试样

用采样瓶（4.3）采样，先用绳子系好瓶和瓶盖，在槽车中按上、中、下三点分别采样，上层在整个液体深度 1/4 处取一次，中层在 1/2 处连续取二次，下层在 3/4 处取一次。采取时将预先盖好盖的采样瓶放入槽车内到达规定位置时，启盖，待油装满瓶（液面不冒气泡时），把瓶提出倒入另一洁净、干燥的瓶中，每次约 500ml，四次共约 2000ml。

5.1.3 在泵出口管处采取试样

需方自备槽车时，在泵出口管处附设的采样口采样：开泵，从油开始流出后 2min 采第一次试样，装半车时连续采样两次，停泵前 2min 采第四

次样，每次采相等试样，其总量不少于 2000ml。试样倒入洁净、干燥、可密闭的容器内。

5.2 小型容器中采样方法，同一贮罐产品以每次装运量为一批。

5.2.1 用小容器采样管（4.1）采取试样

5.2.1.1 当用铁桶装运每批产品时，采样工具可用玻璃管。

5.2.1.2 采取试样的数量不低于每批产品装桶数的 10%，但不得少于 3 桶。每桶按等量采取，其总量不少于 2000ml。

5.2.1.3 采样时，先打开桶盖，将采样管垂直于液面，缓缓地浸至桶底，待采样管内液面和桶内液面一致时，用拇指按紧管的顶部，将采样管取出，待管外壁附着液体流下后，将试样倒入洁净、干燥、可密闭的容器内。

5.2.2 需方自备铁桶，允许在流油管口采样。从油开始流出 2min 时采第一次样，装桶达到 1/2 时连续采两次，装完时再采一次样。每次采相等试样，将各次试样倒入洁净、干燥、可密闭的瓶内，其总量不少于 2000ml。

6 槽车和铁桶水层高度的测定

将牙膏涂于测水杆端部（杆的直径为 25mm），将杆插入至槽车或铁桶的底部（槽车，须将杆插在底部中间），并保持垂直位置 2min~3min 后取出，测定管端牙膏被水溶解掉的高度，即为水层高度。

7 粘油类产品试样的采取

7.1 装车（或）送油泵出口管线处取样

7.1.1 以每车为一个取样单位，在装槽车（需方自备槽车）时，在泵出口管线处取样。

7.1.2 取样前，应放出一些要取样油品，把取样管路冲洗干净。

7.1.3 用 500ml 容器，从油品开始流出后 2min 取第一次试样，装半车时

连续取样两次，停泵前 2min 取第 4 次样。

7.1.4 将每次取的等量试样，倒入洁净、干燥的盛样容器内，总量不少于 2000ml。

7.2 小容器中取样

7.2.1 当用铁桶装运产品时，取样工具用取样管（4.1）。

7.2.2 从每批产品中随机采取试样，采取试样的桶数不少于每批产品装桶数的 10%，但不得少于 3 桶。

7.2.3 取样时，先打开桶盖，将清洁、干燥的取样管垂直插入油品中，缓缓地浸至桶底（插入的速度应使管的内、外液面大致相同）。而后，用拇指按住管的上口迅速将取样管提出，用棉纱擦去表面油品，将管内油品移入洁净、干燥的盛样容器内，其总量不得少于 2000ml。

7.2.4 需方自备容器装产品时，应按本方法 7.1 执行。

7.3 槽车中取样

7.3.1 在槽车中用全层取样器（4.4）或带重砣取样管（4.2）取样，在取样时应注意产品的均匀性。

7.3.2 用全层取样器（4.4）取样

取样时，先将取样器与手摇取样机（4.6）或防静电取样绳联接好，使取样器垂直油品液面，缓慢匀速地将取样器浸至槽车底部（浸入速度应保证所取全层样量约为取样器容积的 85%），迅速将取样器提起，用棉纱擦去表面油品，将采取的试样移入洁净、干燥的盛样容器内，其总量不得少于 2000ml。

7.3.3 用带重砣取样管（4.2）取样

取样时，先将重砣提起，使取样管垂直液面，缓缓地将取样管浸至槽

车底部，关闭重砣，然后将取样管提起，用棉纱擦去表面油品，再将采取的试样倒入洁净、干燥的盛样容器内，其总量不得少于 2000ml。

7.3.4 需方验收槽车中油品产生质量异议时，由供需双方协商解决或将车内油品加热并搅拌均匀后进行取样。

7.4 立式贮罐取样

7.4.1 采取间隔样

当油品存放时间较长有不均匀现象时，可用筒状取样器（4.5.1）或带软木塞的取样器（4.5.2）采取间隔样。取样前，首先计算出罐内贮油（或输出油品）的高度，在确定的高度内采取间隔样，所取试样应包括确定高度的顶层样和底层样，并等量混合成代表性试样，其总量不少于 2000ml。

7.4.1.1 用筒状取样器（4.5.1）取样

先将取样器与手摇取样机或防静电取样绳联接好，放入罐内，当取样器接触液面时，从手摇取样机尺带上读记空距，并由贮罐的总高度计算出需要取样油层的高度。当取样器降至所需油层时，在 10cm~15cm 范围内，上下提拉 5 次，收回取样器，用棉纱擦去表面油品，将采取的试样移入洁净、干燥的盛样容器内。

7.4.2 当罐内油品均匀时，也可采取上、中、下样或全层样。

从罐内液体的表面开始 $1/6$ 、 $1/2$ 和 $5/6$ 处取样，并将所取油品等量混合成代表性试样。

7.4.2.1 用筒状取样器（4.5.1）取样，按本方法 7.4.1.2 进行。

7.4.2.2 用软木塞（4.5.2）的取样器取样，按本方法 7.4.1.3 进行。

7.4.2.3 从贮罐内取全层样，按本方法 7.3.2 进行。

7.5 按时间比例取样

当油品批量较大时，由供需双方协商，也可在泵口管线处采取时间比例样，并等量混合成代表性试样，其总量不少于 2000ml。

8 轻油和粘油检验试样的处理和保管

8.1 试样处理

将采取的代表性试样混匀，分别倒入两个洁净、干燥、可密封的容器内，每个容器试样不得少于 1000mL。一个交化验室检验，一个作为留存备样。

9 取样注意事项

9.1 焦化油类产品属易燃、易爆物质取样时要防止取样工具和容器产生静电和火花。

9.2 取样操作人员取样时应站于上风处，并穿戴好劳保防护用具。

9.3 泵出口管线取样装置的设置应合理，保证所取试样具有代表性。

9.4 贮罐取样时，其罐内的压力应为常压或接近常压。

9.5 罐内油品取样时应具有足够的流动性。

9.6 取样结束后应将取样器清洗干净。

焦化产品水分测定方法的操作步骤

1 执行国标代号：GB/T2288——2008

2 适用范围

本方法规定了焦化产品水分测定的原理、试样的采取、试剂、仪器、试验步骤、结果计算、报告和精密度。本方法适用于焦化产品水分的测定。

3 方法一（蒸馏法）

3.1 原理

一定量的试样与无水溶剂混合，进行蒸馏测定其水分含量，并以质量分数表示。

4.2 试剂

4.2.1 甲苯：无水。

4.2.2 纯苯：无水。

4.3 仪器

4.3.1 蒸馏瓶：容积 500 mL，瓶颈具有 24/29 标准磨口。

4.3.2 冷却管：内管长 300 mm、外管长 250 mm 的直形冷却管，下端具有直径 19/26 标准磨口。

4.3.3 接受管：容积为 2 mL，分刻度为 0.05 mL，最大误差为 0.02 mL；容积为 10 mL，分刻度为 0.1 mL，最大误差为 0.06 mL；容积为 25 mL，分刻度为 0.2 mL，最大误差为 0.1 mL，每种接受管上端具有 19/26 标准磨口，与冷却管下端的标准磨口相配，接受支管下端具有直径 24/29 标准磨口，与蒸馏瓶的标准磨口相配。

4.3.4 天平：感量 0.2 g。

4.3.5 量筒：容积 50 mL、100 mL。

4.3.6 煤气灯或带无级可调电炉。

4.4 操作步骤

4.4.1 在室温下称取均匀试样 100 g (称准至 0.2 g) 和量取甲苯 50 mL, 置于洁净、干燥的蒸馏瓶中, 细心摇匀。

4.4.1.1 测定煤沥青、固体古马隆的水分时, 称取粉碎小于 13 mm 的试样 100 g. 溶剂量为 100 mL。

4.4.1.2 测定粗轻吡啶的水分时, 以纯苯为溶剂。

4.4.2 根据被测物质中预计的水分含量, 选取适当的接受管, 连接蒸馏瓶、接受管和冷却管。在冷却管上端用少许脱脂棉塞住, 以防空气中水分在冷却管内部凝结。

4.4.3 加热煮沸, 使冷凝液以每秒钟 2 滴~5 滴的速度从冷却管末端滴下。当接受管中水分不再增加时, 再加大火焰或增加电压, 至少加热 5 min 后, 停止蒸馏。

4.4.4 待接受管里的液体温度降到室温时, 读记水层体积。如接受管内液体混浊时, 则将接受管放入温水中, 使其澄清, 然后冷却到室温读数。

4.5 结果计算

试样水分质量分数(X_1)%按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中: V ——接受管中水分的体积, 单位为毫升(mL);

m ——试样质量, 单位为克(g)。

注: 假定接受管里水的密度在室温时为 1.00 g/cm³。

4.6 结果报告

4.6.1 使用 2 mL 和 10 mL 接受管, 报告水分含量, 精确到 0.01%; 使用 25 mL 接受管, 报告水分含量, 精确到 0.1%。

4.6.2 取两个水分测定结果的算术平均值作为水分含量。

4.7 精密度

测定结果的精密度要求见表 1。

表 1 焦化产品水分测定的精密度要求

产品名称		重复性(r) / %	再现性(R) / %
煤焦油、洗油、粗萘、粗酚	水分 \leq 5%	0.2	0.2
	水分 $>$ 5%	0.5	0.5
煤沥青	水分 \leq 5%	0.2	0.2
	水分 $>$ 5%	0.3	0.3
粗轻吡啶		0.5	0.5
工业酚、炭黑用原料油、木材防腐油		0.2	0.2
重质苯、固体古马隆、重苯		0.1	0.1
工业甲酚、工业二甲酚、邻甲酚、间对甲酚		0.05	0.05

5 方法二 恒重法

5.1 原理

在 105℃~110℃ 的温度下，试样中的游离水与结晶水同时失去。根据试样所含的结晶水，换算游离水的含量，以质量分数表示。

5.2 仪器

5.2.1 称量瓶：直径 40mm，高 25mm，并附有严密的磨口塞。

5.2.2 电热恒温干燥箱：能保持 105℃~110℃。

5.2.3 电子天平：感量 0.0001g。

5.3 操作步骤

5.3.1 用已恒重的称量瓶称取约 2g (称准至 0.0002 g) 试样置于 105℃~110℃ 电热恒温干燥箱中。

5.3.2 在此温度下干燥 120min, 取出放在干燥器中冷却至室温, 称量, 并进行恒重检查, 每次 30min, 重复进行至最后两次称量之差小于 0.001 g。

5.4 结果计算

试样水分质量分数 (X_2) %按式 (2) 计算:

(2)

式中: x^f ——试样含量, 百分比(%);

m ——试样质量, 单位为克(g);

m_1 ——干燥后试样质量, 单位为克(g);

A ——结晶水的总质量与试样分子质量之比。

5.5 结果报告

结果报告水分含量, 精确到 0.01%。取重复测定两个结果的算术平均值作为测定结果。

5.6 精密度

重复性 r : 不大于 0.2%;

再现性 R : 不大于 0.4%。

铁精粉、球团、铁矿石的采样方法

1 适用范围：本方法适用于恒鼎质量计量管理部铁矿石、铁精粉、球团的化学成分、水分、粒度及其他物理项目的检验用样品的采取。其他样品的采取也可按照本方法执行。

2 引用标准

GB2007.1—87 散装矿产品的取样，制样通则 手工取样方法。

GB2007.6 散装矿产品的取样，制样通则 水分测定方法。

3 一般规定

3.1 按本通则所取样品系供测定水分、粒度和化学成分的通用样品。

3.2 取样前必须做好来料标识的确认工作，包括品名，种类，车号，计量单及实物等，并做好记录。

3.3 采样工具，盛装容器必须保持清洁，坚固耐用，水分样品的容器必须是密封、用非吸潮性材料制成。

3.4 采样时不准人为挑拣试样。

3.5 取样后必须认真填写取样记录和试样标签上规定的内容。

3.6 采取份样后，放入指定盛样桶时，应盖好桶盖，同时确认盛样桶上的标识，保证不混样。

3.7 成分分析样品应根据需要妥善保管样品 1 个月以上，以备核查。

3.8 整个取样过程中应注意安全操作。

4 取样

4.1 取样工具

4.1.1 尖头铁锹（长约 300mm，宽约 250mm）

4.2.2 取样尖铲：铲号 50

4.2.3 盛样容器为带密封盖的塑料桶，其容量不少于 25L。

4.2 份样数

4.2.1 基本批量时份样数的计算

或 (1)

式中：n—份样数；

S_w —份样间的标准偏差；

—取样精密度

S_s —取样标准偏差

计算所得为最低份样数，只可增加不得减少，对品质波动大小未知的和需要进行粒度试验的样品应按品质波动大的取份样数，当样品用作测定一个以上品质特性时，取样时应按品质波动大的取份样数。

4.2.2 批量增大时应取份样数的计算：

n_1 (2)

式中： n_1 —批量增大时应取份样数；

n—取样标准中规定的基本批量应取份样数；

Q—实际批量，t；

Q_1 —基本批量，t。

规定份样数表 表-1

单层铁矿石质量(t)		规定份样数(个)
>	≤	
15000	30000	60
5000	15000	50
2000	5000	40
1000	2000	30
500	1000	20
	500	10

4.2.3 粉矿份样数的确定

4.2.3.1 当料堆质量 ≤ 1000 吨时,取20个份样.

4.2.3.2 当料堆质量 >1000 吨时,份样数按公式(3)确定.

$$N=20*M/1000 \quad (3)$$

式中: N----某堆铁矿石应取份样数(个)

M----某堆铁矿石质量 (吨)

某层铁矿石应取份样数按公式(4)计算

$$N_i=N*M_i/M \quad (4)$$

式中: N_i -----某层铁矿石应取份样数(个)

N-----该堆铁矿石应取份样数 (个)

M_i -----某层铁矿石质量 (吨)

M-----该堆铁矿石质量 (吨)

4.3 份样量

根据大粒度确定每个份样的质量。块矿份样量不少于3Kg,粉矿份样量不少于1Kg,细粒铁精矿份样量不少于0.3Kg。

注:各种矿石应取的份样数和份样量按该矿石取样方法中的规定执行,当计算的样品质量少于所需试验用样时,份样数或份样量应增加。

4.4 取样方法

根据品种对料堆分别取样。

4.4.1 料堆重新堆积或转移过程取样

份样的取法原则上从货车装卸过程中新露出的面上随机定点取份样。将整车样堆划分为五个区域,每个区域内等分为三个小区域,每个小区域内即采取一个子样点。

4.4.1.1 以汽车头部司机侧为1号起点,顺时针方向,依次为1、2、3……共分布15个点(详见附图示)。将15个点分为三个组,即:1、4、7、10、13号点为第一组;2、5、8、11、14号点为第二组;3、6、9、12、15号

点为第三组。

4.4.1.2 采取掷骰子方式确定采样点，即：当骰子掷为1点或4点时在第一组的点内取样，当骰子掷为2点或5点时，在第二组的点内取样，当骰子掷为3点或6点时，在第三组的点内取样。

4.4.1.3 上部点、下部点、中部点的确定。以掷单个骰子方式确定，按照上、中、下、上、中、下、上……的顺序采样。当骰子掷为1点或2点时，起始点从上部点开始（即，上、中、下、上、中）；当骰子掷为3点或4点时，起始点从中部点开始（即，中、下、上、中、下）；当骰子掷为5点或6点时，起始点从下部点开始（即，下、上、中、下、上）。上部点布于该点所在区域煤堆的顶部（挖坑深度约0.2m）；中部点距地面为0.5m（挖坑深度约0.5m）；下部点距地面约0.2m。其中：13、14、15点挖坑深度大于0.5m。

4.4.1.4 供方可对整个确定过程进行监督，有疑问时，现场提出。

4.4.2 料堆静态取样

料堆至少分为底、腰、顶三层，其中底层距地面500mm以上，块矿顶层距料面500mm以上，粉矿顶层距料面200mm以上。根据每层铁矿石质量确定应取份样数，再新露出的料面上均匀布点采取份样，注意各个份样量应大致相同且其粒度比例应与该层矿石粒度比例基本一致，取样时应用取样工具一次动作完成。

铁精粉、球团、铁矿石的制样方法

1 适用范围

1.1 本标准规定了铁精矿（含烧结矿、球团矿）、钢渣、石灰石、生石灰的水分样品、成分分析样品和粒度样品的制备方法

1.2 本方法适用于铁矿石（含烧结矿、球团矿）钢渣、石灰石、生石灰试样制备、成分分析矿样及水分测定。

2 引用标准

GB2007.1—87 散装矿产品的取样，制样通则 手工取样方法。

GB2007.6 散装矿产品的取样，制样通则 水分测定方法。

GB2007.2—87 散装矿产品的取样，制样通则 手工制样方法。

3 一般规定

3.1 制样室（包括制样、贮存、干燥等房间）应宽大敞亮，不受风雨侵袭和外来粉尘影响，要有防尘设备。

3.2 制样应在样品品质不变的情况下进行，特别是水分样品应保存在密封的、不吸水的容器中，以免其水分含量有所变化。

3.3 样品的破碎应使用机械设备，手工破碎只限于个别大块样品至第一阶段使用破碎机的最大给料粒度。

3.4 每次破碎、缩分前后，设备和工具都要清扫干净，每次破碎样品前，用要加工的样品清洗设备后再处理样品。

3.5 缩分方法包括机械缩分和手工缩分，手工缩分最好采用二分器缩分，个别水分含量较高的试样可采用份样缩分法。

3.6 收到矿样后必须按来样标签逐项核对，并将样桶号、试样编号等详细记录在矿样制样记录本上。

3.7 粒度样品、水分样品、成分分析样品的分用和重用。在各种矿石中的取样、制样方法中另作具体规定。

3.8 存查矿样应在容器内放入试样标签，密封好。存查样保留一个月。

4 试样制备

4.1 样品制备流程：

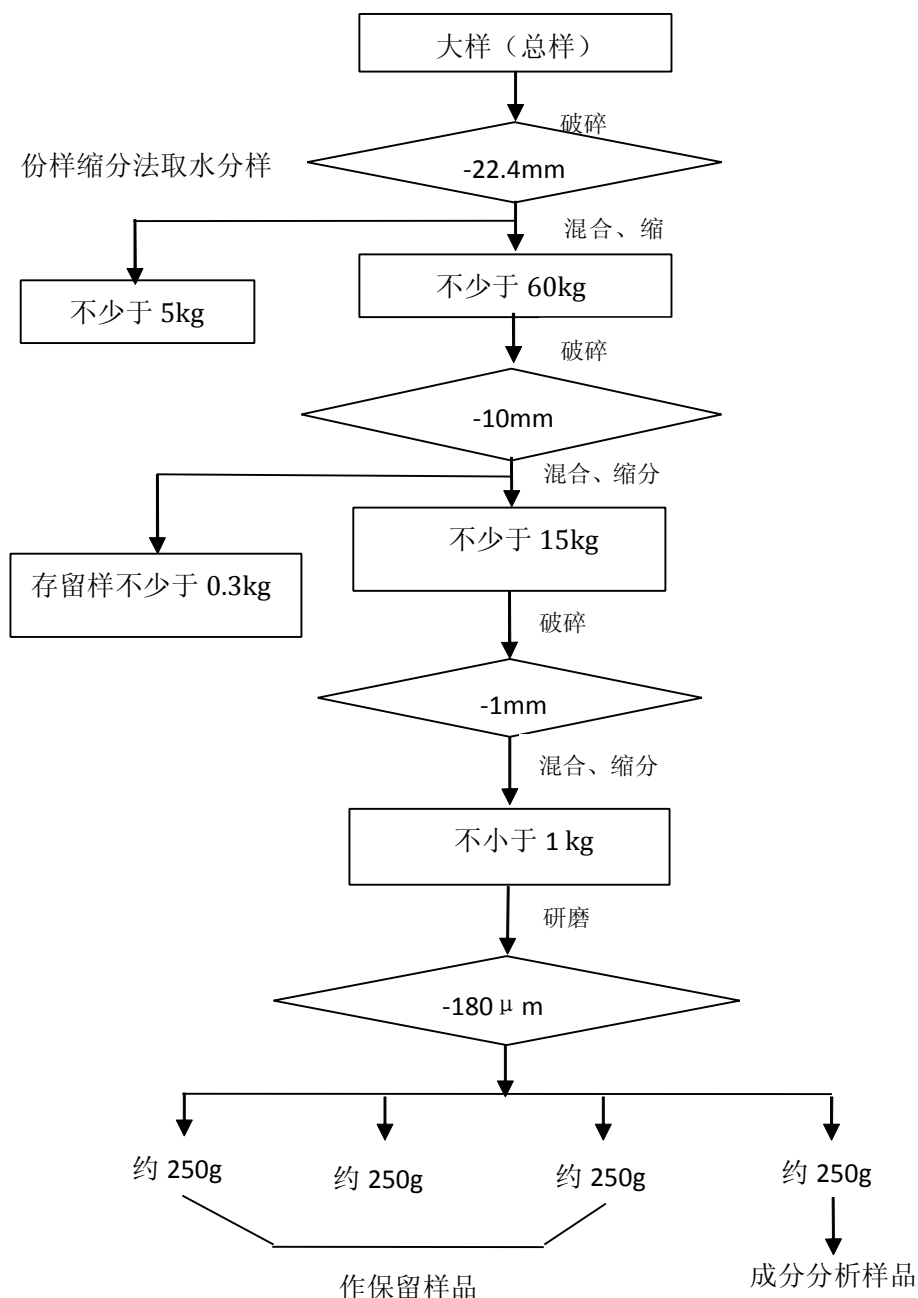


图 1 样品制样流程图

4.2 采用二分器缩分，水分含量高的铁精矿采用四分缩分法（将样划分成均匀的四等分，取对角线，依次缩分）。

4.3 将铁精矿样混匀后，根据水分含量按 4.2 规定的方法缩分出 1kg 试样，放入预先加热到 105℃ 的电热恒温干燥箱干燥后，并缩分出不少于 300g 作为存查样，不少于 250g 作为制备成分分析样品。

4.4 将用于制备成分分析样品铁精矿试样置于密封式粉碎机内制成规定粒度【普通精矿 120 目（0.125mm），钒钛磁铁矿 160 目（0.098 mm）】要求的分析样品。

4.5 铁块矿（含烧结矿、球团矿）样制备

4.5.1 将大样用破碎机破碎到小于 10mm，用二分器分离样品。

4.5.2 将水分样品放入预先加热到 105℃ 的电热恒温干燥箱干燥后，破碎到小于 3mm，混匀后缩分出不少于 300g 作为存查样，不少于 250g 作为制备成分样品。

4.5.3 将用于制备成分分析样品球团矿试样置于密封式粉碎机内制成规定粒度（200 目，0.074mm）要求的分析样品。

细磨铁精矿粒度手工取样筛分操作规程

1 适用范围

本规程规定了细磨铁精矿粒度手工取样测定方法。

本规程适用于进厂细磨铁精矿粒度项目的手工取样测定。

2 引用标准

GB2007.1—87 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

3 一般规定

3.1 本规程适用于钒钛精矿和普通精矿的批料的粒度手工取样筛分测定。

3.2 本规程只适用于细磨铁精矿粒度（-200 目）手工取样测定。

4 器具

4.1 筛孔尺寸：200 目标准筛。

4.2 筛框形状和大小：直径 200mm 圆形筛。

4.3 托盘天平，感量 1g。

4.4 烘箱具备自动控制温度功能。

4.5 供水装置包括供水装置和集水槽。

4.6 秒表

4.7 软毛刷

5 试样的准备

5.1 将按规定采取的大样混匀后缩分至 1Kg 左右，将试样在温度为 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘至恒重。

6 测定方法

6.1 铁精矿-200 目粒度测定采用湿筛法。

6.2 准确称取烘干后的试样 100.0g，放在 200 目标准筛中。

6.3 将水放入集水槽中至水深 200mm 左右。

6.4 用一只手握筛子使其倾角为 $10^{\circ} - 20^{\circ}$ （手握在筛子低倾角的一端），并将筛子侵入水中至筛框上沿略高于水平。用另一只手轻拍筛框，每分钟约 60 次（每拍打 30 次，应将筛子放平，水平转动 90° ），直至以肉眼观察集水槽中的水完全澄清为止。

6.5 将筛分后的筛上物连同筛子放在温度为 $105^{\circ}\text{C} \pm 5^{\circ}\text{C}$ 的烘箱中烘至恒重后称量筛上物重量 (m_1)。

6.6 每次测定时应将水槽中的水略为流动，同时保持水面高度基本不变。

6.7 对同一试样，应独立测定两次，相对误差不大于 10%；否则应增加两次平行测定。相对误差以两次测定的平均值计算。

7 结果的计算和表示

7.1 按公式(1)计算-200目百分率,计算至小数点后2位。

$$(1)$$

式中: r_{-200} —— -200目铁精矿百分率, %

m_1 —— +200目铁精矿质量, g

7.2 当两次测定结果的相对误差符合6.8规定时,以两次测定结果的平均值表示,否则以4次测定结果的平均值表示,并修约至小数点后1位。

分析操作规程(试行)

铁精粉、球团、铁矿石中的全铁含量测定分析方法操作规程 氯化亚锡-氯化汞-重铬酸钾滴定法

1 适用范围

本方法规定了二氯化锡-氯化汞-重铬酸钾滴定法测定全铁含量。

本方法适用于铁矿石、铁精矿、及烧结矿中全铁的测定,测定范围(质量分数): $\geq 20.0\%$ 。

2 规范性引用文件

下列标准所包含的条文,通过在本方法中引用而构成本方法的条文。本方法发布时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本方法的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则

GB/T 6730.5 铁矿石化学分析方法 三氯化钛-重铬酸钾容量法测定全铁量

3 原理

试样用混合熔剂熔融，盐酸浸取；以氯化亚锡还原，氯化汞氧化过量的氯化亚锡；以二苯胺磺酸钠为指示剂，用重铬酸钾标准溶液滴定，以消耗标准溶液的体积计算全铁量。

4 试剂和材料

安全警示：使用硫酸时需小心，以防止造成意外烧伤。

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 混合熔剂：2 份无水碳酸钠和 1 份硼酸研细混匀。

4.2 石墨粉：光谱纯。

4.3 盐酸（ ρ 约 1.19g/mL）。

4.4 硫酸（ ρ 约 1.84g/mL）。

4.5 磷酸（ ρ 约 1.67g/mL）。

4.6 盐酸(1+1)：以盐酸（4.3）稀释。

4.7 硫磷混酸(15+15+70)：150mL 硫酸（4.4）缓缓加入 700mL 水中，再加入 150mL 磷酸（4.5）。

4.8 硫酸（1mol/L）：以硫酸（4.4）稀释。

4.9 氯化汞饱和溶液。

4.10 氯化亚锡溶液(100 g/L)：称取 10g 氯化亚锡溶于 10mL 热盐酸 4.3) 中，用水稀释至 100mL，混匀。

4.11 二苯胺磺酸钠溶液(5g/L)：称 0.5g 二苯胺磺酸钠溶于 100mL 硫酸（4.8）中。

4.12 重铬酸钾标准溶液：称取 40.0g 重铬酸钾溶于水中，移入 20000mL 的试剂瓶中，稀至刻度混匀，备用。

5 仪器

分析中，仅用通常的实验室仪器。

6 试样

一般试样粒度应小于0.125mm，精矿粒度应小于0.1mm。试样应置于称量瓶中在105~110℃温度下干燥1h，于干燥器中备用。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.2000g 试样，精确至 0.0001g。

7.2 测定次数

同一试料应测定 2~4 次。

7.3 标液的标定：随同试料带同类型的标样，对标液的滴定度进行标定。

$$T = \frac{P_0}{V_0} \times 100 \quad (1)$$

式中：T——重铬酸钾标准溶液对全铁的滴定度，%/mL；

P_0 ——标样全铁含量，%；

V_0 ——标样所消耗标准溶液的体积，mL；

7.4 验证试验

随同试料分析同类型标样。

7.5 准备

7.5.1 熔剂的准备：将半张滤纸折成锥形袋放于 30mL 的坩埚中，向每个袋中加入 2.5~3.5g 混合熔剂（4.1）。

7.5.2 浸取液的准备：用量杯量取 30mL 盐酸（4.6）于 300 三角瓶中，加热至冒较浓的盐酸烟（加热至溶液刚冒小气泡）。

7.5.3 石墨坩埚的准备：将石墨坩埚中的杂质除去，重新取 2g 经高温处

理过的石墨粉（4.2）于坩埚中，用圆球棒磨成光滑的石墨坩埚。

7.6 测定

7.6.1 试料分解

将试料（7.1）倒入混合熔剂袋（7.5.1）中，将试料与熔剂混匀，将熔剂袋叠成锥体，包紧，将试样放于用石墨整形后的坩埚中，放在马弗炉中，打开炉门灰化滤纸，灰化完后，关闭炉门，再在850℃左右熔融10~15min，取出，稍冷，用镊子将熔块取出，扫净石墨，放入盛有盐酸（7.5.2）的三角瓶中，待熔块熔完后，再低温加热浸取至溶液刚冒小气泡（防溶液煮沸），趁热用氯化亚锡（4.10）还原至无色，并过量3~4滴，加入60mL水，冷至室温。加入10mL氯化汞（4.9）溶液，放置3min。

7.6.2 滴定

加入20mL硫磷混酸（4.7），加入3滴二苯胺磺酸钠（4.11），立即以重铬酸钾标准溶液（4.12）滴定至稳定的紫色。

8 分析结果及其表示

8.1 按(2)式计算试料全铁含量，以质量百分数表示：

$$W_{Fe} = T \times V \quad (2)$$

式中： T ——重铬酸钾标准溶液对全铁的滴定度，%/mL；

V ——试料所消耗标准溶液的体积，mL；

8.2 样品分析结果

计算试料的2~4个有效分析值的算术平均值，并按GB/T 8170的规定修约至与允许差小数相同位数，其值作为该样品的一个分析结果。

9 允许差

同一试料的两个分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1 允许差 %

全铁含量	标样	试样
------	----	----

		重复性（平行分析）	再现性（化验抽查）
≤50.00	±0.14	±0.20	±0.40
>50.00	±0.21	±0.30	±0.60

铁精粉、球团、铁矿石中的亚铁含量测定分析方法操作规程

重铬酸钾滴定法

1 适用范围

本方法规定了重铬酸钾滴定法测定亚铁含量。

本方法适用于铁矿石及烧结矿中亚铁量的测定。测定范围（质量分数）：>0.5%。

2 规范性引用文件

下列标准所包含的条文，通过在本方法中引用而构成本方法的条文。本方法发布时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本方法的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则

GB 6730[1].8-1986 铁矿石化学分析方法 重铬酸钾容量法测定亚铁量

3 原理

在二氧化碳的保护气氛中，用盐酸和氟化钾溶解样品后，以二苯胺磺酸钠为指示剂，重铬酸钾标准溶液滴定。

4 试剂和材料

安全警示：使用硫酸时需小心，以防止造成意外烧伤。

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

- 4.1 碳酸氢钠:饱和溶液。
- 4.2 氟化钾 (200g/L)。
- 4.3 盐酸 (2+1)。
- 4.4 硫磷混酸 (15+15+70) :150mL 浓硫酸缓缓加酸入 700mL 水中, 再加入 150mL 磷酸。
- 4.5 二苯胺磺酸钠 (5g/L)。
- 4.6 重铬酸钾标准液:称 20.0g 溶于水中, 移入 20000mL 试剂瓶中, 稀至刻度, 备用。
- 4.7 硫酸亚铁铵 (10g/L)。

5 仪器

分析中, 仅用通常的实验室仪器。

6 试样

一般试样粒度应小于 0.125mm, 精矿粒度应小于 0.100mm。试样应置于称量瓶中在 105~110℃温度下干燥 1h, 于干燥器中备用。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.2000g 试样, 精确至 0.0001g。

7.2 测定次数

同一试料应测定 2~4 次。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验, 所用试剂须取自同一试剂瓶。

7.4 验证试验

随同试料分析同类型标样。

7.5 重铬酸钾标液的标定

随同试样带同类型的标样，对标准溶液对试料的滴定度进行标定。

$$T = P(\text{标}) / (V - \text{空白}) \quad (1)$$

式中： T ——标准溶液对试料的滴定度，%/mL；

$P(\text{标})$ ——标样亚铁含量，%；

V ——标样所消耗标准溶液的体积，mL；

7.6 测定

7.6.1 试料分解

将试样放于 300mL 的三角瓶中，加 50mL 盐酸(4.3)，氟化钾(4.2) 5mL，2g 碳酸氢钠(固体)，盖上带支管的塞子，置于电炉上低温加热至微沸并保持 20~40 分钟，待样溶完后，取下，补加 1g 碳酸氢钠(固体)，塞上无孔塞子，流水冷至室温，加水 60mL，加硫磷混酸(4.4) 20mL，二苯胺磺钠(4.5) 3 滴。

7.6.2 滴定。

以重铬酸钾标准溶液(4.6)滴定至稳定的紫色为终点。

空白的滴定：空白随试样一起溶解、冷却、加入硫磷混酸后，用移液管准确移取硫酸亚铁铵(4.7) 5.00mL，加入 3 滴指示剂，用标液滴定至稳定的紫色后，记录滴定的毫升数，然后再准确加入 5.00mL 硫酸亚铁铵(4.7)，用标准溶液滴定至稳定的紫色，记录滴定的毫升数。空白等于体积之差。

8 分析结果及其表示

8.1 按(2)式计算试料中亚铁的含量，以质量百分数表示：

$$W_{FeO} = T \times (V - \text{空白}) \quad (2)$$

式中： W_{FeO} ——试料中亚铁质量百分数，%；

T ——标准溶液对试料的滴定度，%/mL；

V ——试料所消耗标准溶液的体积，mL；

8.2 样品分析结果

计算试料的2~4个有效分析值的算术平均值，并按GB/T 8170的规定修约至与允许差小数相同位数，其值作为该样品的一个分析结果。

9 允许差

同一试料的两个分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1 允许差

亚铁含量	标样	试样	
		重复性（平行分析）	再现性（化验抽查）
>1.00~2.00	±0.15	0.20	0.40
>2.00~5.00	±0.18	0.25	0.50
>5.00~10.00	±0.21	0.30	0.60
>10.00~20.00	±0.28	0.40	0.80
>20.00~30.00	±0.35	0.50	1.00

铁精粉、球团、铁矿石中二氧化钛含量测定分析方法操作规程

高钛含量的测定

铝片还原-重铬酸钾滴定法

1 适用范围

本规程规定了铝片还原-重铬酸钾滴定法测定钛含量。

本规程适用于钒钛铁精矿、钒钛球团矿中二氧化钛的验收测定。测定范围（质量分数）： $>1.0\%$ 。

2 规范性引用文件

下列标准所包含的条文，通过在本方法中引用而构成本方法的条文。本方法发布时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本方法的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则

3 原理

试样以混合熔剂熔融，盐硫混酸浸取，磷酸存在下，用铝片将四价钛还原为三价，以中性红作指示剂，用重铬酸钾标液滴定至稳定的蓝色为终点，借此测定钛量。

4 试剂和材料

安全警示：

使用硫酸时需小心，以防止造成意外烧伤。

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 盐酸（ ρ 约 1.19g/mL）。

4.2 磷酸（ ρ 约 1.67g/mL）。

4.3 硫酸（ ρ 约 1.84g/mL）。

4.4 混合熔剂：2 份无水碳酸钠与 1 份硼酸研细混匀。

- 4.5 石墨粉：光谱纯。
- 4.6 硫酸（1+1）：以硫酸（4.3）稀释。
- 4.7 盐酸（2+1）：以盐酸（4.1）稀释。
- 4.8 铝片：称 4g，叠成 9 块左右的小块（不要叠得太紧，否则反应慢）。
- 4.9 硫酸铵：分析纯。
- 4.10 碳酸氢钠饱和溶液。
- 4.11 中性红（2g/L）：称 0.2g 中性红，加入 100mL 乙醇溶解，移至滴定瓶中。
- 4.12 重铬酸钾标液（0.05mol/L）

称取 15.0g 重铬酸钾溶于少量水中，移入 2000mL 的试剂瓶中，稀释至刻度，混匀，备用。

5 仪器

分析中，仅用通常的实验室仪器。

6 试样

一般试样粒度应小于 0.125mm，精矿粒度应小于 0.100mm。试样应置于称量瓶中在 105~110℃ 下，干燥 1h，于干燥器中备用。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.2000g 试样，精确至 0.0001g。

7.2 测定次数

同一试料应测定 2~4 次。

7.3 标液的标定：随同试料带同类型的标样，对标液的滴定度进行标定。

$$T = \frac{P_0}{V_0} \times 100 \quad (1)$$

式中： T ——重铬酸钾标准溶液对钛的滴定度，%/mL；

P_0 ——标样钛含量，%；

V_0 ——标样所消耗标准溶液的体积，mL

7.4 验证试验

随同试料分析同类型标样。

7.5 测定

7.5.1 试料分解

将试料(7.1)置于2.5~3.5g混合熔剂(4.4)中，混匀，用半张滤纸包紧，放于用石墨整形后的坩埚中，在850℃左右熔融10~15min，取出，冷却，将熔块放在盛有20mL水、10mL硫酸(4.6)、45mL盐酸(4.7)的500mL的三角瓶中，低温加热浸取完后，取下，加入4g硫酸铵(4.9)，摇匀，加入4g铝片(4.8)（如果铝片加入后，马上起反应，就不用加热，否则，将溶液加热至铝片开始反应时取下），待铝片反应快完时，加入30mL磷酸(4.2)，盖上盖氏漏斗，加入碳酸氢钠饱和溶液(4.10)，加热至铝片分解完，溶液冒大泡，取下，稍冷，再进行流水冷却至室温。

7.5.2 滴定

将盖氏漏斗取下（滴定时才取），加入10滴中性红(4.11)，用重铬酸钾标准溶液(4.12)滴定至稳定的蓝色为终点。

8 分析结果及其表示

8.1 按(2)式计算试料钛含量，以质量百分数表示：

$$W_{TiO_2} = T \times V \quad (2)$$

式中： W_{TiO_2} ——试料钛的质量百分数，%；

T ——标准溶液对试料的滴定度，%/mL；

V ——试料所消耗标准溶液的体积，mL；

8.2 样品分析结果

计算试料的2~4个有效分析值的算术平均值，并按GB/T 8170的规定修约至与允许差小数相同位数，其值作为该样品的一个分析结果。

9 允许差

同一试料的两个分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1 允许差 %

TiO ₂ (质量分数)	标样	试样	
		重复性 (平行分析)	再现性 (化验抽查)
2.01~6.00	0.067	0.100	0.200
6.01~10.00	0.117	0.167	0.334
10.01~15.00	0.150	0.200	0.400

低钛含量的测定 二安替比林甲烷光度法

1 适用范围

本方法规定了硅钼蓝光度法测定钛含量。

本方法适用于铁矿石中钛含量的测定。也可用于铁精矿、烧结矿和球团矿中钛含量的测定。测定范围：0.1~5.0%。

2 规范性引用文件

下列标准所包含的条文，通过在本方法中引用而构成本方法的条文。本标准发布时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本方法的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则

3 原理

试样以混合熔剂熔融，以盐酸浸取，在盐酸0.5~3.0mol/L介质中，二安替比林甲烷与钛离子形成黄色络合物，其最大吸收峰位于385~390nm，可于420nm处测定吸光度。

4 试剂和材料

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和符合GB/T 6682规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 盐酸（1+1）。

4.2 盐酸（1+11）。

4.3 抗坏血酸（100g/L）：称10g抗坏血酸溶于乙醇（1+1）中，用乙醇（1+1）稀释至100mL。

4.4 混合熔剂：2份无水碳酸钠与1份硼酸钠烘干研细混匀贮于瓶中。

4.5 硫酸（ ρ 约1.84g/mL）。

4.6 硫酸铵。

4.7 二安替比林甲烷（30g/L）：称取3g二安替比林甲烷溶于盐酸（4.2）中，用盐酸（4.2）稀释至100mL。

4.8 二氧化钛标准溶液：称取光谱纯二氧化钛（经800℃灼烧1h）0.5000g

于 250mL 烧杯中，加硫酸（4.5）15mL，硫酸铵（4.6）4g，在电热板上加热溶解，溶至溶液清亮（大约需 2h），冷却后，用盐酸（4.2）转入 500mL 容量瓶中，并稀释到刻度混匀（只能用此盐酸稀释）。此溶液含 TiO₂1000ug/mL。

二氧化钛标准溶液（50ug/mL）：取上述二氧化钛标准溶液 25.0mL 于 500mL 容量瓶中，用盐酸（4.2）稀释到刻度混匀。

4.9 高纯铁标液（0.0025g/mL）：称取 2.5g 高纯铁于 500mL 烧杯中，加盐酸（4.1）300mL，低温加热溶解至液面平静（大约需 2h 时），用加盐酸（4.1）转移至 1000mL 容量瓶中，混匀。

5 仪器

分光光度计

6 试样

一般试样粒度应小于 0.125mm，精矿粒度应小于 0.1mm。试样应置于称量瓶中在 105~110℃温度下干燥 1h，于干燥器中备用。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.1000g 试料，精确至 0.0001g。

7.2 测定次数

同一试样，应称取 2~4 份试料进行测定。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

7.4 校正试验

随同试样分析同类型标样。

7.5 验证试验

随同试样分析同类型标样。

7.6 测定

7.6.1 试样的分解及试液的制备

称取试样(7.1),以石墨垫底瓷坩埚用混合熔剂熔融,在850℃马弗炉中熔15min,取出,稍冷,将熔块放于预先盛有60mL盐酸(4.1)的250mL烧杯中,加热浸取完全,冷至室温,用脱脂棉过滤于100mL容量瓶中,用水稀释至刻度,混匀。

7.6.2 显色测量

分取10.0mL母液(7.6.1)(吸光度超过0.650移取5mL,补加空白液5mL),于100mL容量瓶中,加抗坏血酸(4.3)5mL,加二安替比林甲烷(4.7)10mL,定容,放置于30min于420nm处用1cm比色皿,在分光光度计上测定吸光度,查曲线计算含量。

参比液:移取空白溶液10mL,加入铁标液1mL(4.9),其余同显色液操作。

7.6.3 工作曲线的绘制

吸取二氧化钛标液(50ug/mL)0.0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0、6.0、7.0、8.0、9.0mL于100mL容量瓶中,加入6mL盐酸(4.1),加抗坏血酸(4.3)5mL,后按显色液步骤进行操作,以零浓度为参比测定吸光度,绘制工作曲线。以试剂空白为参比,用3cm比色皿,于分光光度计波长420nm处测定吸光度。从校准曲线上查出相应的磷量。(实际中用的标样代替标准液绘制工作曲线,用回归方程计算含量)

8 分析结果及其表示

8.1 按式(1)计算试料中钛的含量,以质量百分数表示:

$$W_{TiO_2} = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \times f} \times 100 \quad (1)$$

式中: W_{TiO_2} —— 试料中钛的含量, %;

m_1 ——以工作曲线回归方程计算的磷量，ug；

m ——试料量，g；

f ——试液的分液率。（从母液(V)中分取的体积数（V1）比：

$$V1/V*100$$

8.2 样品分析结果

计算试料的2~4个有效分析值的算术平均值，并按GB/T 8170的规定修约至与允许差小数相同位数，其值作为该样品的一个分析结果。

9 允许差

同一样品的两个分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1 允许差 %

试样含量	标样	试样	
		重复性（平行分析）	再现性（化验抽查）
0.10~0.50	0.013	0.020	0.040
0.51~1.00	0.028	0.040	0.080
1.01~2.00	0.042	0.060	0.120
2.01~5.00	0.068	0.105	0.210

铁精粉、球团、铁矿石中五氧化二钒含量测定分析方法

操作规程

钒含量的测定

高锰酸钾氧化-硫酸亚铁铵滴定法

1 适用范围

本方法规定了高锰酸钾氧化-硫酸亚铁铵滴定法测定钒含量。

本方法适用于钒钛精矿及烧结矿中五氧化二钒的测定，测定范围： $\geq 0.200\%$ 。

2 规范性引用文件

下列标准所包含的条文，通过在本方法中引用而构成本方法的条文。本方法发布时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本方法的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则

GB 6730.32 铁矿石化学分析方法 硫酸亚铁容量法测定钒量

3 原理

试样用混合熔剂熔融，用硫磷混酸浸取，先用亚铁将钒、铬及其他氧化态物质还原，然后用高锰酸钾将四价钒氧化至五价钒，过量的高锰酸钾在尿素存在下以亚硝酸钠还原，以苯代邻氨基苯甲酸为指示剂，用硫酸亚铁铵标准溶液滴定，借此测定钒量。

4 试剂和材料

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 硫酸 (1+1)。

4.2 磷酸 (1+1)。

4.3 高锰酸钾 (20g/L)。

- 4.4 尿素 (100g/L)。
- 4.5 亚硝酸钠 (20g/L)。
- 4.6 碳酸钠溶液(2g/L) 。
- 4.7 苯代邻氨基苯甲酸(2g/L): 称取 0.2g 苯代邻氨基苯甲酸溶于 100mL 亚硝酸钠溶液(4.5)中 。
- 4.8 硫酸亚铁铵 (60g/L)。
- 4.9 硫酸亚铁铵标准溶液:称取 2.5g 硫酸亚铁铵,溶于 250mL 硫酸(4.1)中,加水稀释至 5000mL。
- 4.10 混合熔剂:2 份无水碳酸钠和 1 份硼酸研细混匀。

5 仪器

分析中, 仅用通常的实验室仪器。

6 试样

一般试样粒度应小于 0.125mm, 精矿粒度应小于 0.100mm。试样应置于称量瓶中在 105~110℃温度下干燥 1h, 于干燥器中备用。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.2000g 试样, 精确至 0.0001g。

7.2 测定次数

同一试料应测定 2~4 次。

7.3 硫酸亚铁铵标液的标定

随同试料带同类型的标样, 对标液的滴定度进行标定。

$$T = \frac{P_0}{V_0} \times 100 \quad (1)$$

式中: T ——硫酸亚铁铵标准溶液对钒的滴定度, %/mL;

P_0 ——标样钒含量，%；

V_0 ——标样所消耗标准溶液的体积，mL；

7.4 验证试验

随同试料分析同类型标样。

7.5 测定

7.5.1 试料分解

将试样（7.1）置于 2.5~3.5g 混合熔剂（4.10）中混匀，用半张滤纸包紧，放于用石墨整形后的坩埚中，在 850℃ 左右熔融 10~15min，取出，将熔块放在盛有 70mL 水、40mL 硫酸（4.1）、10mL 磷酸（4.2）的 300mL 三角瓶中，浸取完后，煮沸 1min，取下，冷至室温，加硫酸亚铁铵（4.8）5mL，放置 2min 后，滴加高锰酸钾（4.3）至稳定的红色并过量 2~3 滴，静置 5min，加尿素（4.6）10mL，滴加亚硝酸钠（4.5）至红色消失并过量 1~2 滴，放置 3min，加苯代邻氨基苯甲酸（4.7）4 滴。

7.5.2 滴定

用硫酸亚铁铵标准溶液（4.9）滴至溶液呈稳定的亮黄绿色为终点。

8 分析结果及其表示

8.1 按（2）式计算试料五氧化二钒含量，以质量百分数表示：

$$W_{V_2O_5} = T \times V \quad (2)$$

式中： $W_{V_2O_5}$ ——试料五氧化二钒含量，%；

T ——硫酸亚铁铵标准溶液对试料的滴定度，%/mL；

V ——试料所消耗硫酸亚铁铵标准溶液的体积，mL；

8.2 样品分析结果

计算试料的 2~4 个有效分析值的算术平均值，并按 GB/T 8170 的规定修约至与允许差小数相同位数，其值作为该样品的一个分析结果。

9 允许差

同一试料的两个分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1 允许差 %

五氧化二钒含量 (质量分数)	标样	试样	
		重复性 (平行分析)	再现性 (化验抽查)
>0.10~0.18	±0.011	0.016	0.032
>0.18~0.32	±0.015	0.022	0.044
>0.32	±0.018	0.025	0.050

铁精粉、球团、铁矿石中的磷含量测定分析方法操作规程

钼磷钼蓝光度法

1 适用范围

本方法规定了钼磷钼蓝光度法测定磷含量。

本方法适用于铁矿石、铁精矿、锰矿以及烧结矿中磷量的测定。测定范围 (质量分数): 0.001~0.600%。

2 规范性引用文件

下列标准所包含的条文，通过在本方法中引用而构成本方法的条文。本方法发布时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本方法的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则

GB 6730.19 铁矿石化学分析方法钼磷钼蓝光度法测定磷量

3 原理

试样经无水碳酸钠和硼酸的混合熔剂熔融后，用稀硝酸浸取。在硫酸介质中，酸度在 1.0~1.1mol/L 下，磷与钼及钼酸铵生成配合物，继以抗坏血酸还原为钼蓝，以分光光度计在波长 680nm 测量其吸光度。

4 试剂和材料

安全警示：

使用硫酸、硝酸时需小心，以防止造成意外烧伤。

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 石墨粉：光谱纯。

4.2 硝酸(ρ 约 1.40g/mL)。

4.3 硫酸(ρ 约 1.84g/mL)。

4.4 乙醇(1+1)。

4.5 过氧化氢(1+2)。

4.6 混合熔剂:2 份无水碳酸钠和 1 份硼酸研细混匀。

4.7 石墨整形坩埚。

4.8 硝酸(15+85)。

4.9 硝酸(3+2)。

- 4.10 硫酸(1+8): 100mL 硫酸(4.3)缓缓加入 800mL 水中。
- 4.11 钼酸铵 (60g/L)。
- 4.12 硝酸铋溶液(10g/L): 称取 1g 硝酸铋溶于 100mL 硝酸(4.9)溶液。
- 4.13 抗坏血酸溶液(10g/L): 称取 1g 抗坏血酸溶于 100mL 乙醇(4.4)中, 现用现配。

5 仪器

分光光度计

6 试样

一般试样粒度应小于0.125mm, 精矿粒度应小于0.1mm; 试样应置于称量瓶中在105~110℃温度下干燥1h, 于干燥器中备用。

7 分析步骤

7.1 测定次数

同一试样, 应称取2~4份试料进行测定。

7.2 试料量

称取0.3000g试料, 精确至0.0001g。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验, 所用试剂须取自同一试剂瓶。

7.4 校正试验

随同试料按批带同类型标样。

7.5 验证试验

随同试料分析同类型标样。

7.6 测定

7.6.1 试料的分解及试液的制备

将试料(7.2)置于2.5~3.5g混合熔剂(4.6)中,用半张滤纸包紧,放于用石墨整形后的坩埚(4.7)中,放在马弗炉中,打开炉门灰化滤纸,灰化完后,关闭炉门,再在850℃左右熔融10~15min,取出,稍冷,放入100mL硝酸(4.8)中,加5滴过氧化氢(4.5),加热浸取,煮至冒大泡取下,冷却,用脱脂棉过滤于250mL容量瓶中,定容。

7.6.2 显色测量

移取10.00mL试液(7.6.1)于100mL容量瓶中,加10mL硫酸(4.10),加5mL钼酸铵(4.11),5mL硝酸铋(4.12),15mL抗坏血酸(4.13),稀释至刻度,放置5min,在分光光度计上,于680nm处,以空白为参比,用3cm比色皿测定其吸光度,从磷含量与吸光度对照表上查得磷量。

7.6.3 工作曲线的绘制

称取五个不同含量的标样,按分析步骤7.6.1~7.6.2进行5次以上的平行测定,测得的平均吸光度与含量绘制工作曲线,根据曲线,列出吸光度与磷含量对照表。

8 分析结果及其表示

试样有效分析值的算术平均值为最终分析结果。平均值计算至小数点后四位,并按数字修约规则的规定修约至小数点后第三位。

9 允许差

同一样品的两个分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1 允许差 %

磷含量	标样	试样	
		重复性(平行分析)	再现性(化验抽查)

0.010~0.100	±0.002	0.003	0.006
0.100~0.200	±0.006	0.008	0.016
0.200~0.500	±0.011	0.015	0.030
>0.500	±0.025	0.030	0.060

铁精粉、球团、铁矿石中的磷、砷含量测定分析方法操作规程

磷、砷含量的测定

钼钼蓝双波长光度法

1 适用范围

本方法规定了钼钼蓝双波长光度法测定磷、砷含量。

本方法适用于铁矿石中磷、砷的测定。测定范围：0.010~0.50%。

2 规范性引用文件

下列标准所包含的条文，通过在本方法中引用而构成本方法的条文。本方法发布时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本方法的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则

3 原理

试样经混合熔剂熔融、硫酸浸取后，在 0.45mol/L 硫酸介质中、钼盐存在下，磷、砷与钼酸铵形成钼钼杂多酸，以抗坏血酸还原则生成钼磷（砷）钼蓝，分别在 680nm、810nm 测定吸光度，从而计算试样中磷、砷量。

4 试剂和材料

安全警示：三氧化二砷为剧毒物质，应实行专人保管，按最低量定量发放使用并进行登记。使用后应立即将器具及手清洗干净。

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682 规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 混合熔剂：两份碳酸钠与一份硼酸烘干研细、混匀。

4.2 硫酸（1+1）。

4.3 硫酸（1+3）。

4.4 硫酸（1+5）。

4.5 硫酸（1+8）。

4.6 石墨粉（ST）。

4.7 钼酸铵（60g/L）。

4.8 高锰酸钾溶液（20g/L）。

4.9 硝酸铋溶液（10g/L）：称取 1g 克硝酸铋溶于 100mL（4.3）的硫酸溶液中。

4.10 抗坏血酸溶液（10g/L）：称取 1g 抗坏血酸溶于 50mL 水中，加 50mL 乙醇，混匀，现用现配。

4.11 氢氧化钠（100g/L）。

4.12 酚酞溶液（1g/L）。

4.13 磷标准溶液：

4.13.1 称取 0.4394g 预先于 105℃ 烘 1h 并在干燥器中冷至室温的磷酸二氢钾基准试剂，置于 400mL 烧杯中，用水溶解后加入 2mL 硝酸，移入 1000mL 容量瓶中，用水稀至刻度混匀，此溶液浓度为 100ug/mL。

4.13.2 移取 25mL 磷标准溶液（4.13.1）置于 500mL 容量瓶中，用水稀至刻度混匀。此溶液为 5 ug/mL。

4.14 砷标准溶液:

4.14.1 称取 0.1320g 预先于 105℃ 烘 2h 并在干燥器中冷至室温的三氧化二砷基准试剂, 置于 400mL 烧杯中, 加 10 mL 氢氧化钠 (4.11), 微热溶解后, 加 40mL 水与 1 滴酚酞溶液 (4.12), 用硫酸 (4.2) 中和至酚酞的红色褪去并过量 2 滴, 冷却至室温, 移入 1000mL 容量瓶中, 用水稀至刻度混匀, 此溶液浓度为 100 μ g/mL。

4.14.2 移取 25mL 砷标准溶液 (4.14.1) 置于 500mL 容量瓶中, 用水稀至刻度混匀。此溶液为 5 μ g/mL。

5 仪器

分光光度计

6 试样

一般试样粒度应小于 0.125mm, 精矿粒度应小于 0.100mm。试样应置于称量瓶中在 105~110℃ 温度下干燥 1h, 于干燥器中备用。

7 分析步骤

7.1 试料量

称取 0.3000g 试料, 精确至 0.0001g。

7.2 测定次数

同一试样, 应称取 2~4 份试料进行测定。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验, 所用试剂须取自同一试剂瓶。

7.4 验证试验

随同试样分析同类型标样。

7.5 测定

7.5.1 试样的分解及试液的制备:

将试样(7.1)置于用 ϕ 12.5cm的半张定量滤纸折成的放有3~4g混合熔剂(4.1)的锥形滤纸中混匀,包紧成球状。将其放入预先用石墨垫底的50mL瓷坩埚中,在高温炉低温处使滤纸慢慢灰化,再在 $850\pm 10^{\circ}\text{C}$ 下熔融15~20min,取出稍冷。用镊子将熔块取出扫净石墨粉,放入预先盛有40mL热硫酸(4.4)的300mL烧杯中,低温加热浸取熔块,待熔块完全溶解,将烧杯移到平板炉中间加热溶液冒大气泡后,取下,冷却,用定性滤纸滤入250mL容量瓶中,用水稀至刻度混匀。

7.5.2 显色液:

吸取滤液10.00 mL(吸光度大于0.600时,吸取5.00 mL)置于100mL容量瓶中,加10mL硫酸(4.5),加入4滴高锰酸钾(4.8),用少许蒸馏水冲下瓶壁附着的高锰酸钾,放置5min,加5mL钼酸铵(4.7),5.0mL硝酸铋(4.9),15mL抗坏血酸(4.10),用水稀释至刻度混匀,放入水温约 60°C 的热水中预热15min,再流水冷却15min。

7.5.3 分别于680nm、810 nm处,以空白作参比,以3cm的比色皿在分光光度计上测定吸光度,根据吸光度计算分析结果。

7.6 工作曲线的绘制

7.6.1 磷工作曲线的绘制

移取磷标准溶液(4.13.2)0、1.00、3.00、5.00、7.00、9.00mL于100mL容量瓶中,显色同(7.5.2),分别于680nm、810 nm处,以3cm的比色皿在分光光度计上,以零浓度为参比测定吸光度,将吸光度与磷浓度进行线性回归,得出A磷680、A磷810与磷浓度的一元线性回归方程。

7.6.2 砷工作曲线的绘制

移取砷标准溶液(4.14.2)0、1.00、3.00、5.00、7.00、9.00mL于100mL容量瓶中,显色同(7.5.2),分别于680nm、810 nm处,以3cm的比

色皿在分光光度计上，以零浓度为参比测定吸光度，将吸光度与磷浓度进行线性回归，得出 A 砷 680、A 砷 810 与砷浓度的一元线性回归方程。

8 分析结果及其表示

8.1 解下列方程，求出试液中

$$m_{\text{磷}} \cdot A_{680} = A_{\text{磷}680} + A_{\text{砷}680} \quad (1)$$

$$A_{810} = A_{\text{磷}810} + A_{\text{砷}810} \quad (2)$$

8.2 按式(3)计算试料中磷、砷的含量，以质量百分数表示：

$$W_p = \frac{m_1 \times 10^{-6}}{m \cdot r} \times 100 \quad (3)$$

式中： m_1 ——以工作曲线回归方程计算的磷、砷量， μg ；

m ——试料量，g；

r ——试液的分取比。

8.3 样品分析结果

计算试料的2~4个有效分析值的算术平均值，并按GB/T 8170的规定修约至与允许差小数相同位数，其值作为该样品的一个分析结果。

9 允许差

同一样品的两个分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

磷的检测允许差按照第五节（铁精粉、球团）磷含量测定分析方法规程中的允许差执行，砷的允许差按表1执行

表1 允许差 %

砷量	室内允许差	室间允许差
0.010~0.050	0.005	0.006
0.051~0.100	0.008	0.010
0.101~0.200	0.010	0.015

0.201~0.500	0.015	0.020
>0.500	0.020	0.030

砷的测定 —— 碘吸收砷化氢钼蓝吸光光度法

1 适用范围

本方法适用于生铁、再生铁、铁水中砷的测定。测定范围：0.300%以下。

2 引用标准

GB/T2007.2-1987 散装矿产品取样、制样同则、手工制样方法

GB/T8170-1987 数值修约规则

原成都钢铁厂《化学分析规程》

3 方法提要

试样经酸溶后，在硫酸介质中以混合还原剂-氯化亚锡、碘化钾还原成三价砷，以单质锌使三价砷还原成砷化氢气体逸出，用碘液吸收，与锑钼混合液形成砷钼络离子，然后用抗坏血酸将其还原成砷钼蓝，于680nm波长处，测量其吸光度。

4 试剂

4.1 硫酸：（1+1）

4.2 硝酸：（比重1.42 g/ml）

4.3 盐酸：（比重1.19 g/ml）

4.4 碘化钾溶液：30%

4.5 氯化亚锡溶液：20%

4.6 碘液：0.1%

4.7 醋酸铅溶液：40%

4.8 氢氧化钠溶液：20%

4.9 无砷锌

4.10 铈钼混合液：钼酸铵 2%+酒石酸铈钾 0.080%

4.11 饱和亚硫酸钠溶液

4.12 抗坏血酸：4%

4.13 砷标准溶液：500 $\mu\text{g}/\text{ml}$ （基准试剂）

4.14 砷标准溶液：10 $\mu\text{g}/\text{ml}$ （基准试剂）

5 试剂配制

5.1 硫酸（体积比 1+1）的配制方法：

准确量取 1000 毫升蒸馏水于 3000 毫升的烧杯中，将烧杯置于盛有冷水（自来水）的盆中，准确量取 1000 毫升的浓硫酸，在不断搅拌的同时，将浓硫酸缓慢加入水中。待溶液冷却后，将其转移到专用试剂瓶中，摇匀，贴上标签备用。

5.2 氢氧化钠溶液（20%）的配制方法：

准确称取 20 克氢氧化钠于 250 毫升的烧杯中，用量杯加入 80 毫升蒸馏水，用玻棒搅散使其完全溶解，倒入滴瓶中，贴上标签，备用。

5.3 碘化钾溶液（30%）的配制方法：

在烧杯中加入约 50 毫升蒸馏水，准确称取 30 克碘化钾倒入此烧杯中，用玻棒搅拌，待溶于水后，滴加 20%氢氧化钠溶液 3-5 滴，冷却至室温，以水稀释至 100 毫升，移入棕色试剂瓶中，摇匀，贴上标签备用。

5.4 氯化亚锡溶液（20%）的配制方法：

准确称取 20 克氯化亚锡于烧杯中，加入 20 毫升浓盐酸，低温电炉上煮清澈后，取下烧杯，冷却至室温，以蒸馏水稀释至 100 毫升，移入棕色试剂瓶中，加锡粒数粒，摇匀，贴上标签备用。

5.5 碘液（0.1%）的配制方法：

准确称取 0.5 克碘，3 克碘化钾于烧杯中，加少许蒸馏水溶解，稀至 500 毫升的棕色试剂瓶中，摇匀，贴上标签备用。

5.6 醋酸铅溶液（40%）的配制方法：

准确称取 400 克醋酸铅于 1000 毫升烧杯中，加入蒸馏水 600 毫升，用玻棒搅散使其完全溶解，备用。

5.7 铋钼混合液的配制方法：

准确称取 10 克钼酸铵于烧杯中，加入 200 毫升蒸馏水，用玻棒搅拌，待溶解后，用量杯加入（1+1）硫酸溶液 166.7 毫升；另称取 0.4 克酒石酸铋钾于另一烧杯中，加入 50 毫升蒸馏水，溶解后将此溶液合并到入钼酸铵溶液中，用蒸馏水稀释至 500 毫升，摇匀，贴上标签备用。

5.8 饱和亚硫酸钠溶液（50%）的配制方法：

准确称取 50 克亚硫酸钠倒入 125 毫升的滴瓶中，加入 50 毫升蒸馏水，贴上标签备用。

5.9 抗坏血酸（4%）的配制方法：

准确称取 8 克抗坏血酸，置于盛有 192 毫升蒸馏水的烧杯中，不断搅拌，使其溶解，倒入专用试剂瓶中，摇匀，贴上标签备用。抗坏血酸溶液不稳定，须用时现配。

5.10 砷标准溶液（专人配制 500 μ g/毫升）的配制方法

准确称取 0.3301 克预先在 105~110 $^{\circ}$ C 烘干 2h 的 As₂O₃（优级纯，剧毒）溶于 20 毫升氢氧化钠溶液（20%）中，加一滴酚酞（0.1%的乙醇溶液），用 H₂SO₄（1+1）调至溶液红色褪去，移入 500 毫升容量瓶中，用蒸馏水稀释至 500 毫升，混匀，贴上标签备用。

5.11 砷标准溶液（专人配制 10 μ g/ml）的配制方法

准确移取上述砷标准溶液 10.00 毫升于 500 毫升容量瓶中，用蒸馏水稀释至刻度，混匀，贴上标签备用。

6 砷化氢气体的发生及吸收装置的准备

6.1 砷化氢气体发生瓶：250 毫升磨口三角瓶

6.2 气体导管：直接领取，无须自己联结。

6.3 砷化氢气体吸收管：25 毫升具塞比色管

6.4 醋酸铅脱脂棉的制作：

将脱脂棉花浸入上述配制好的 40%醋酸铅溶液中，浸透后取出挤去多余溶液，自然阴干。（醋酸铅棉花使用后由于吸收了样品经酸溶后的生成产物硫化氢气体会变黑，变黑的部分必须及时更换，在更换时要注意不可使醋酸铅粉末沾附到碘液上）。

7 分析步骤

称取试样 0.1000 克于 250 毫升洁净的磨口三角瓶中，以水润湿，立即摇散，以免试样紧贴在瓶底，分解不完全，量取硫酸溶液（4.1）10 毫升加入到此磨口三角瓶中，滴加浓硝酸（4.2）1 毫升左右，放到低温电炉上（若温度过高，酸挥发较快，会造成试样溶解不完全）加热溶解至冒三氧化硫白烟 1-2min（冒三氧化硫烟时要求标样、试样保持一致，使酸度一致，即充满瓶），取下冷却，加入蒸馏水 10 毫升，放在低温电炉上加热（试样溶完后，加水溶解盐类时，温度不能过高，否则会因固体盐类局部受热过多而使溶液飞溅，造成测定误差）至盐类溶解，取下冷却至室温（同时做试剂空白，即拿一个磨口三角瓶，不称取试样，与试样分析所加入试剂取自同一瓶，并与试样分析同步操作）。

向 25 毫升比色管中加入 15 毫升碘溶液（4.6）作为吸收液（不可过早加入碘液，否则碘液挥发，不能更好地吸收砷化氢气体）；准确移取碘化钾（4.4）3 毫升加入到已处理好试样的磨口三角瓶中，摇匀，准确移取氯化亚锡溶液（4.5）3 毫升到处理好试样瓶中，摇匀，用蒸馏水调至总体积 35 毫升（也可直接加入 15 毫升蒸馏水）混匀放置 10 分钟，待反应完全后，向溶液中加入无砷锌粒（4.9）约 15 克，立刻迅速连接好吸收装置，用装有蒸馏水的塑料洗瓶将水挤到磨口三角瓶与导管的连接处检查

是否漏气，使逸出的砷化氢被碘吸收液（4.6）吸收，吸收 60min，取下导管，向碘吸收液（4.6）中滴加亚硫酸钠溶液（4.11）2 滴至碘的颜色褪去，用移液管准确加入锑钼混合溶液（4.10）1 毫升，摇匀，加入抗坏血酸溶液（4.12）1 毫升，用蒸馏水稀释至刻度 25 毫升处，摇匀放置 10-30 分钟，打开分光光度计预热 30 分钟。在 680nm 波长处用 1 厘米比色皿进行比色，测量其吸光度，在标准工作曲线上对应查出试样的百分含量。

8 标准曲线的绘制

视分析试样的含量而定，分取砷标准溶液（4.14）2、5、8、12 毫升（相当于砷的百分含量分别为 0.020%、0.050%、0.080%、0.120%）于磨口三角瓶中，加入硫酸溶液（4.1）10 毫升，以保证砷化氢气体发生的适合条件：0.9mol/l 硫酸介质，以及在砷化氢气体发生时，保持标准溶液和试样的酸度、体积一致。以下按试样分析步骤操作。

在坐标纸上，以比色测得的吸光度值为纵坐标，以砷标准溶液所对应的百分含量 0.020%、0.050%、0.080%、0.120%为横坐标，制作标准工作曲线。

9 分析结果计算

测得试样的吸光度在标准工作曲线上所对应查找试样的百分含量。若试样的吸光度值超出 12 毫升砷标准溶液所对应的吸光度值，则须用与试样近似含量的高含量标样进行换算。

$$T = \text{标样含量} / \text{标样所对应的吸光度值}$$

$$A_s (\%) = \text{标样所对应的吸光度值} \times T$$

10 允许差

同一样品的两个分析结果的允许差按照第六节（铁精粉、球团）磷、砷含量测定分析方法操作规程中砷含量的允许差执行。

铁精粉、球团、铁矿石中的硅含量测定分析方法操作规程

亚铁还原-硅钼蓝光度法

1 适用范围

本方法规定了硅钼蓝光度法测定硅含量。

本方法适用于铁矿石、铁精矿、烧结矿和球团矿、萤石、白云石、石灰石、锰矿等中硅量的测定。测定范围（质量分数）： $<20.00\%$ 。

2 规范性引用文件

下列标准所包含的条文，通过在本方法中引用而构成本方法的条文。本方法发布时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本方法的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则

GB 6730.9铁矿石化学分析方法硅钼蓝光度法测定硅量

3 原理

试样用碳酸钠和硼酸的混合熔剂熔融，以稀硝酸浸取。在 $0.20\sim 0.25\text{mol/L}$ 的酸度下，使硅酸与钼酸形成黄色硅钼酸。然后加入草硫混酸消除磷的干扰，用硫酸亚铁铵将硅钼磺还原成硅钼蓝，在波长 650nm 处，测量其吸光度，借此测定硅量。

4 试剂和材料

安全警示：使用硫酸、硝酸时需小心，以防止造成意外烧伤。

分析中除另有说明外，仅使用认可的分析纯试剂和符合 GB/T 6682

规定的三级以上蒸馏水或其纯度相当的水。

4.1 混合熔剂：两份碳酸钠与一份硼酸烘干研细、混匀。

4.2 石墨粉：光谱纯

4.3 硝酸（15+85）。

4.4 硫酸（1+1）。

4.5 硫酸（1+9）。

4.6 草硫混酸（50g/L）：将 5g 草酸溶于 100mL 硫酸（4.5）中，搅拌溶解。

4.7 钼酸铵溶液（60g/L）。

4.8 硫酸亚铁铵（60g/L）：称取 6g 硫酸亚铁铵，加 1mL 硫酸（4.4），用水稀至 100mL。

4.9 过氧化氢（1+2）。

4.10 脱脂棉。

5 仪器

分光光度计

6 试样

一般试样粒度应小于0.125mm，精矿粒度应小于0.1mm。试样应置于称量瓶中在105~110℃温度下干燥1h，于干燥器中备用。

7 分析步骤

7.1 试料量

普通铁矿石称0.1000g，钒钛精矿称0.2500g。

7.2 测定次数

同一试样，应称取2~4份试料进行测定。

7.3 空白试验

随同试料做空白试验，所用试剂须取自同一试剂瓶。

7.4 验证试验

随同试样分析同类型标样。

7.5 测定

7.5.1 试样的分解及试液的制备

将试样(7.1)置于2.5~3.5g混合熔剂(4.1)中，混匀，用半张纸包紧，放于用石墨整形后的坩埚中，在850℃左右熔融10~15min，取出，稍冷，放入100mL硝酸(4.3)中，加5滴过氧化氢(4.9)，加热浸取，煮至冒大泡取下，冷却，用脱脂棉过滤于250mL容量瓶中。定容。

7.5.2 显色液：

移取2.00mL(精矿移取4.00mL)试液(7.5.1)于100mL容量瓶中，加5mL钼酸铵(4.7)混匀，放置5min，加入20mL草硫混酸(4.6)，立即加5mL硫酸亚铁铵(4.8)，用水稀至刻度，摇匀。将部分显色液移入1~3cm的比色皿中，在650nm处测定其吸光度，减去试剂空白吸光度，从硅含量与吸光度对照表上查得硅含量。

7.5.3 工作曲线的绘制

称取5个不同含量的标样，按分析步骤4进行5次以上测定，测得的平行平均吸光度与含量绘制成工作曲线，列出吸光度与硅含量对照表。

8 分析结果及其表示

8.1 从硅含量与吸光度对照表上查得硅含量。

8.2 样品分析结果

计算试料的2~4个有效分析值的算术平均值，并按GB/T 8170的规定修约至与允许差小数相同位数，其值作为该样品的一个分析结果。

9 允许差

同一样品的两个分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

表1 允许差 %

二氧化硅含量 (质量分数)	标样	试样	
		重复性 (平行分析)	再现性 (化验抽查)
<1.00	±0.04	0.06	0.12
1.01~2.00	±0.06	0.09	0.18
2.01~3.00	±0.09	0.11	0.22
3.01~5.00	±0.11	0.15	0.30
5.01~10.00	±0.15	0.21	0.42
10.01~20.00	±0.20	0.30	0.60
>20.00	±0.25	0.34	0.68

铁精粉、球团、铁矿石中的碳、硫含量测定分析方法操作规程 红外碳硫分析仪

1 适用范围

本方法规定了有色金属、矿石碳、硫的测定。测定范围 C: (0-10.0) %; S: (0-1.0) %。

2 技术要求

2.1 环境温度: (15-30) °C

2.2 相对湿度: ≤60%

2.3 分析气: 氧气纯度 ≥99.5%

2.4 气体流量: 测量分析气 3.0-4.0L/min, 动力气 1.0-2.0 L/min

3 原理

HCS-140 型红外碳硫分析仪利用了 CO₂ 及 SO₂ 分别在 4.26 μm 及 7.4 μm 处具有较强吸收带这一特性，通过测量气体吸收后的光强变化量，分析 CO₂ 及 SO₂ 气体浓度百分含量，间接确定被测样品中的碳、硫元素的百分含量。

4 试剂和材料

4.1 助熔剂：钨粒（1.5-2.0g）、锡粒（1.5-2.0g）、纯铁（0.3-0.5g）；

4.2 标准物质：国家标准局认可的一级或二级

4.3 试剂：高效变色干燥剂，主要成份高氯酸镁；高效 CO₂ 吸收剂，主要成分为碱石棉。

5 仪器

打印机 电子天平 计算机 分析主机

6 试样

一般试样粒度应小于 0.125mm，精矿粒度应小于 0.1mm。

7 分析过程

7.1 样品称重：将样品置于坩埚内，称取 0.1000±0.1g。

7.2 用坩埚钳将称好样的坩埚放在石英坩埚座上

7.3 启动分析：按分析键。

7.4 更换坩埚，清洁炉头

8 分析前注意事项：

8.1 在正常使用中，每班必须清扫一次炉头，每周必须对网状筒用超声波仪器清洁一，在操作中做十个分析样后必须进行排尘操作，清洁仪器。

8.2 开关机顺序：先开氧气，调节氧气压力为 0.4Mpa、开电源、高频开关、开电脑；关机顺序与开机顺序相反。

8.3 进行分析前仪器诊断：分析前先开电源清扫炉头，预热一个小时后进行分析操作。

在预热中，可进行分析前的仪器调试、诊断工作（诊断时需升上坩埚架）。先观察电脑分析主界面上的碳电压、硫电压是否稳定，一般情况下小数点后的前两位不可跳动（一共4位小数）。若电压跳动，不稳定，则需找专业技术人员进行处理，不可自行拆装仪器。

8.4 检漏：点击分析主界面的“吹氧”。此时分析主机上的炉头压力指针指向0.08 Mpa。停止吹氧后，指针下降但不低于0.07 Mpa，则表示不漏气，可以正常使用进行分析。若指针下降至0.07 Mpa以下，则表示气路漏气，要检查气路连接情况。点击“吹氧”后，此时主机上显示的输入压力应为0.1V，分析流量3.5L/min（观察液位上切面）。否则应与专业技术人员联系，处理，不可自行调节。点击分析主界面的“排气”，将存于管内的气体排除。

8.5 分析主机上的高频板级电流应为0.24A左右，栅极电流应为90mA左右。

8.6 每周必须更换一次干燥剂和吸收剂。（左边第一个管内存的是高效二氧化碳吸收剂，俗称碱石棉，目的是吸收进气中的水分等杂质；第二个管内存的是高效变色干燥剂，俗称高氯酸镁，目的是吸收出气中的水分；第三个小管内存的是脱脂棉，目的是过滤气体中的灰尘。）

8.7 岗位人员要爱护仪器设施，熟悉操作说明书，能对简单的仪器故障进行排查。

9 分析检测中的注意事项

9.1 分析试验前要按照要求准备好试验的坩埚（坩埚必须在使用前在1000℃的马弗炉中灼烧2小时后贮存于干燥塔中备用）。

9.2 进行分析试验前先要使用已处理过的坩埚进行空白校正后方可进行。必须按照操作规程进行校正，确定校正系数后方可进行试样的分析检测工作。

9.3 试验中的坩埚要放正在坩埚托上，否则容易损坏燃烧管。

9.4 样品的称量一般在 0.1000g 左右，可称取不定量，即小数点后三位的波动值皆可视为有效。

10 允许差

同一样品的两个分析结果的差值应不大于表1所列允许差。

硫量	允许差 %	
	标样	试样
<0.050	±0.002	0.003
0.051~0.100	±0.0035	0.005
0.101~0.250	±0.006	0.008
0.251~0.500	±0.009	0.012
0.501~1.000	±0.015	0.020
1.001~3.00	±0.030	0.040

铁精粉、球团、铁矿石中的水分测定的操作规程

1 适用范围：

本方法适用于 GB 2007.1 中所述的矿石水分含量的测定，但不适用于

某些易氧化的硫化矿石。

2 引用标准

GB2007.1—87 散装矿产品的取样，制样通则 手工取样方法。

GB2007.2 散装矿产品的取样，制样通则 手工制样方法。

3 仪器

3.1 干燥盘：表面光滑清洁的不锈钢盘，可容纳样层厚度不超过31.5mm的规定数量的试样。

3.2 干燥箱：具有可调控温装置，温度误差小于 $\pm 5^{\circ}\text{C}$ ，并有可使干燥箱内空气流动而又不致吹走试样的鼓风装置。

取样前必须做好来料标识的确认工作，包括品名，种类，车号，计量单及实物等，并做好记录。

3.3 天平：最大称量不少于3000g，感量0.1g。

4 样品

按有关标准规定取样、制样。对于过湿或发粘而难于过筛、破碎、缩分的样品，可将样品预干燥到制样不发生困难为止，具体操作见附表A。所需水分试样的最低质量如表1示。

表 1

最大粒度，mm	最低质量，kg
22.4	2
10.0	1

5 测定

5.1 测定次数

根据试样制备方式。按表2规定的实验数目，对每个水分试样进行一次水分测定。

表 2

制备的试样	实验数目	每一交货批的副样数
每个大样	2	—
	2	2-5
每个副样	至少 1	≥ 6
每个份样	至少 1	—

5.2 测定步骤

按表 1 规定的质量，将水分试样置于已知质量 (m_1) 干燥盘内铺平，使其厚度在 30mm 以下，称量 (m_2)，放入预调至规定温度的干燥箱内 (105-110℃) 内，保持此温度下不小于 2h，取出装有试样的干燥盘，趁热立即称量，或在干燥器中放冷至室温称量。趁热称量时，称量装置应采取隔热措施，不使受热。

再次将盛有试样的干燥盘放入干燥箱内继续干燥 1h，然后称量，重复上述步骤，称至恒重 (m_3)，即最后两次称量之差小于水分试样质量的 0.05%。

6 计算与结果的表示

6.1 试样水分的计算

每个水分试样的水分含量 $W_t(\%)$ 用式 (1) 计算，报告至第二位小数：

——干燥盘质量，g

——干燥前试样及盘的质量，g

——干燥后试样及盘的质量，g

附表 A

粘湿矿石水分含量测定方法

(补充件)

样品过湿或发粘难于破碎缩分时，可进行预干燥，在此情况下应按 A1-A3 条规定的方法测得全批矿石的水分含量。然后按 A4-A7 条计算总水分含量。

A1 称量试样质量精确至试样质量的 0.05%。

A2 将试样铺平，置于调至规定温度的干燥装置内或空气中，干燥至矿石水分与空气湿度接近平衡，在干燥过程中注意不使细粉末损失掉。

A3 将预干燥后的矿石，再一次称量试样质量，以式 (A1) 计算试样预干燥水分含量 WP (%)。

$$WP = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \quad (A1)$$

式中： m_1 ——预干燥前的试样质量，kg；

m_2 ——预干燥后的试样质量，kg；

A4 按照有关标准从预先干燥样中制取测定热干燥水分的试样。

A5 按 5.2 条测定试样的热干燥减量，并按 6.1 公式 (1) 计算预干燥后试样的水分含量 W_d (%)。

A6 用公式 (A2) 计算试样的总水分含量 W_{pd} (%)。

式中： W_d ——预干燥后的试样水分含量，%

A7 按 6.2 条计算整批水分的含量 (%)。

药品配置的管理制度（试行）

1. 化验室的药品由专人进行配置和管理，药品配置必须按照操作规程严格执行。

2. 药品配置人员应具有良好的职业道德和职业习惯,具有较强的自我防护意识,在进入药品配置室前应按规定穿戴好劳保用品,在专门的环境中进行,在操作结束时需更换工作服,用肥皂清洗后方可离开。

3. 配置药品所使用的化学试剂和辅助材料必须符合国家和相关行业规定的要求,不得擅自更改使用标准。

4. 配置药品所使用的化学试剂必须按规定进行领用、登记方可使用。

5. 配置的药品必须标明药品名称、浓度、配置时间及配置人员名字。

6. 所配置的药品必须整齐存放于指定的位置,不得随意摆放。

7. 药品的配置应按照实际生产使用量进行,不得一次多配(最多不能超过实际使用量的两倍,按月为单位计算)或出现使用量不足的情况。

8. 配置好的药品应按时间和温度变化进行检查和校准,确保化检验结果的准确性。

危化品的管理制度（试行）

1. 危险化学品的保管必须实行专人、专锁,严格保管和使用。

2. 部门及个人应认真学习关于危险化学品的知识,掌握危险化学品的安全防护知识,严格遵守各项安全生产制度和安全操作规程。

3. 危险化学品的使用必须符合国家、公司、部门的有关“危险化学品使用制度”的规定,严格按照实际使用量进行领取。领取量不得超过实际使用量的两倍(以月为单位)。

4. 在使用中,盛装腐蚀性物品的容器应认真选择,具有氧化性、酸性类物品不能与易燃液体、易燃固体、自燃物品和遇湿燃烧物品混装,酸类

物品严禁与氰化物相遇。

5. 使用剧毒物品的场所及其操作人员, 必须加强安全技术措施和个人防护措施。个人防护措施有:

a、配备专用的劳动防护用具和器具, 专人保管, 定期检修, 保持完好。

b、严禁直接接触剧毒物品, 严禁在使用剧毒物品的场所饮食。

c、正确穿戴劳动防护用品, 工作结束后必须更换工作服, 清洗后方可离开作业场所。

d、盛装易制毒化学品的容器, 使用前后, 必须进行检查、清洗、消除隐患, 防止火灾、爆炸、中毒等事故发生。

6. 危险化学品的使用和配置必须由专人进行, 在规定的操作地点进行操作。

使用危险化学品时严格执行危险化学品管理库房下发的管理制度和使用登记制度, 使用人员必须如实、及时登记使用危险化学品的时间、名称、使用量及库存量, 任何单位和个人不得将化验室使用的危险化学品带出化验室进行私用。