

## 附：灰分和挥发分的测定方法（出自 GB/T 212-2008）

### 4 灰分的测定

本章包括两种测定煤中灰分的方法——缓慢灰化法和快速灰化法。缓慢灰化法为仲裁法。

#### 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 仪器设备

4.1.2.1 马弗炉：炉膛具有足够的恒温区，能保持温度为 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。炉后壁的上部带有直径为 $(25 \sim 30)$  mm 的烟囱，下部离炉膛底 $(20 \sim 30)$  mm 处有一个插热电偶的小孔。炉门上有一个直径为 20mm 的通气孔。

马弗炉的恒温区应在关闭炉门下测定，并至少每年测定一次。高温计（包括毫伏计和热电偶）至少每年校准一次。

4.1.2.2 灰皿：瓷质，长方形，底长 45mm，底宽 22mm，高 14mm（见图 2）。

单位为毫米

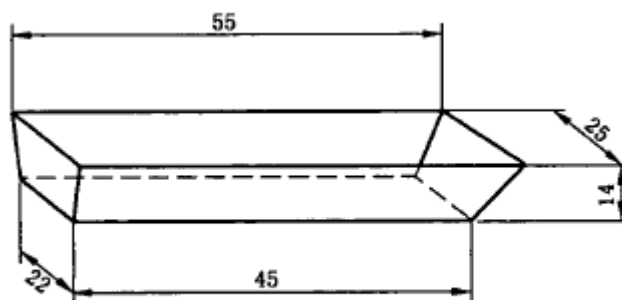


图 2 灰皿

4.1.2.3 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

4.1.2.4 分析天平：感量 0.001g。

4.1.2.5 耐热瓷板或石棉。

##### 4.1.3 试验步骤

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 的一般分析试验煤样 $(1 \pm 0.1)$  g，称准至 0.0002g，均匀的摊平在灰皿中，使其每平方厘米的质量不超过 0.15g。

4.1.3.2 将灰皿送入炉温不超过 $100^\circ\text{C}$ 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 $500^\circ\text{C}$ ，并在此温度下保持 30min。继续升温到 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ ，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 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ ，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为基数按依据。灰分小于 15.00% 时，不必进行检查性灼烧。

#### 4.2 快速灰化法

##### 4.2.2 方法 B

##### 4.2.2.1 方法提要

将装有煤样的灰皿由炉外逐渐送入预先加热至 $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ 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。

4.2.2.2 仪器设备：同 4.1.2。

#### 4.2.2.3 试验步骤

4.2.2.3.1 在预先灼烧至质量恒定的灰皿中，称取粒度小月 0.2mm 的一般分析试验煤样（ $1 \pm 0.1$ ）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。

4.2.2.3.2 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）。

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

4.2.2.3.4 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。

4.2.2.3.5 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为计算依据。如遇检查性灼烧时结果不稳定，应改用缓慢灰化法从新测定。灰分小于 15.00% 时，不必进行检查性灼烧。

### 4.3 结果的计算

按式（2）计算煤样的空气干燥基灰分：

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

式中：

$A_{ad}$ ——空气干燥基灰分的质量分数，%；

$M$ ——称取的一般分析试验煤样的质量，单位为克（g）；

$M_1$ ——灼烧后残留物的质量，单位为克（g）。

### 4.4 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 仪器设备

5.2.1 挥发分坩埚：带有配合严密盖的瓷坩埚，形状和尺寸如图 3 所示。坩埚总质量为（15~20）g。

单位为毫米

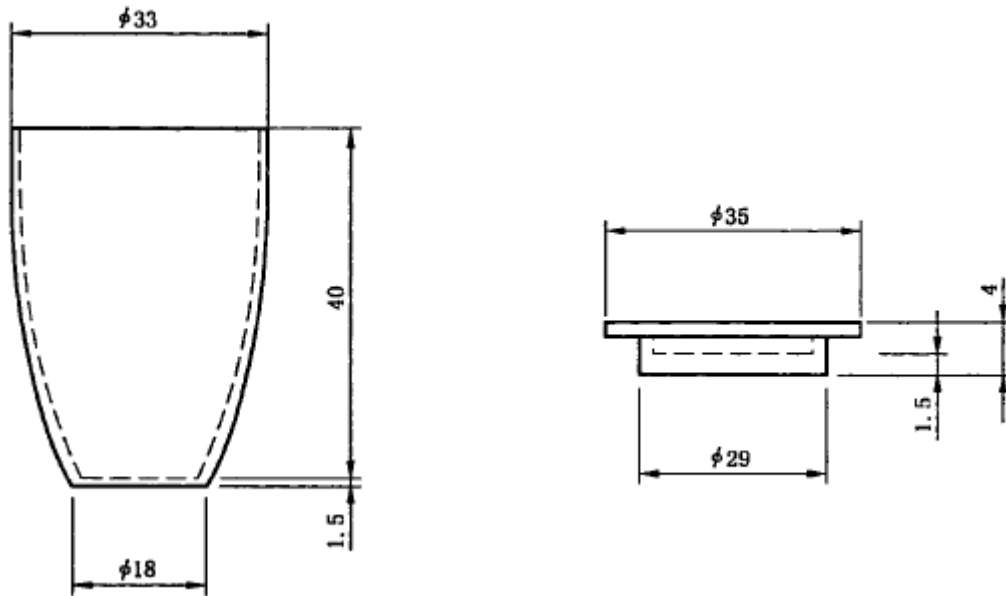


图3 挥发分坩埚

5.2.2 马弗炉：带有高温计和调温装置，能保持温度在  $(900 \pm 10)^\circ\text{C}$ ，并有足够的  $(900 \pm 5)^\circ\text{C}$  的恒温区。炉子的热容量为当起始温度为  $920^\circ\text{C}$  左右时，放入室温下的坩埚架和若干坩埚，关闭炉门后，在 3min 内恢复到  $(900 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。炉后壁有一个排气孔和一个插热电偶的小孔。小孔位置应使热电偶插入炉内后其热接点在坩埚底和炉底之间，距炉底  $(20 \sim 30)$  mm 处。

马弗炉的恒温区应在关闭炉门下测定，并至少每年测定一次。高温计（包括毫伏计和热电偶）至少每年校准一次。

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（见图4）。

单位为毫米

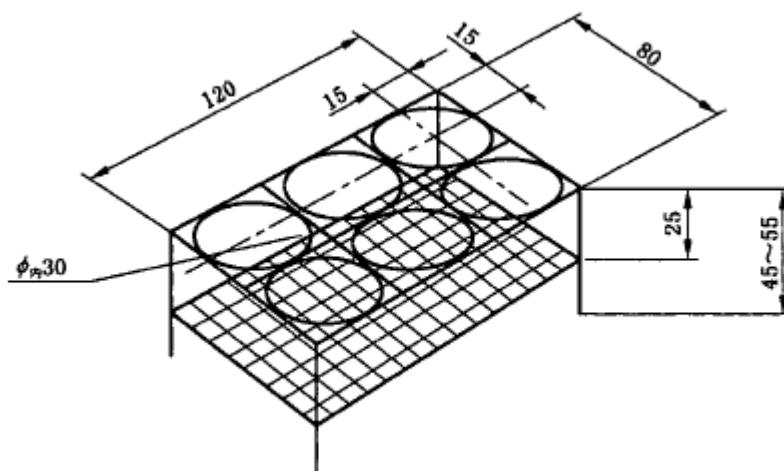


图4 坩埚架

5.2.4 坩埚架夹（见图5）。

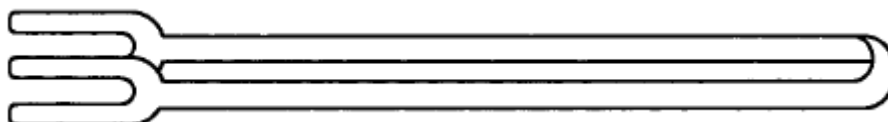


图 5 坩埚架夹

5.2.5 干燥器：内装变色硅胶或粒状无水氯化钙。

5.2.6 分析天平：感量 0.1mg。

5.2.7 压饼机：螺旋式或杠杆式压饼机，能压制直径约 10mm 的煤样。

5.2.8 秒表：可省略。

### 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，并切成宽度约 3mm 的小块。

5.2.3 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。坩埚及坩埚架放入后，要求炉温在 3min 内恢复至（900±10）℃，此后保持在（900±10）℃，否则此次试验作废。加热时间包括温度恢复时间在內。

注：马弗炉预先加热温度可视马弗炉具体清空调节，以保证在放入坩埚及坩埚架后，炉温在 3min 内恢复至（900±10）℃ 为准。

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，煤粒的界限不易分清，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）：焦渣的上、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

按式（3）计算煤样的空气干燥基挥发分：

$$V_{ad} = \frac{m_1}{m} \times 100 - M_{ad} \quad (3)$$

式中：

- $V_{ad}$ —— 空气干燥基挥发分的质量分数，%；  
 $M$ —— 一般分析试验煤样的质量，单位为克（g）；  
 $M_1$ —— 煤样加热后减少的质量，单位为克（g）；  
 $M_{ad}$ —— 一般分析试验煤样水分的质量分数，%。

## 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

按式 (4) 计算空气干燥基固定碳:

$$FC_{ad} = 100 - (M_{ad} + A_{ad} + V_{ad}) \quad (4)$$

式中:

$FC_{ad}$ ——空气干燥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, %;

$V_{ad}$ ——空气干燥基挥发分的质量分数, %。

## 7 空气干燥基挥发分换算成干燥无灰基挥发分及干燥无矿物质基挥发分

7.1 干燥无灰基挥发分按式 (5) 换算:

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

式中:

$V_{daf}$ ——干燥无灰基挥发分的质量分数, %。