



中华人民共和国国家标准

GB/T 7560—2001
eqv ISO 602:1983(E)

煤中矿物质的测定方法

Determination of mineral matter in coal

2001-11-12 发布

2002-08-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准等效采用 ISO 602:1983(E)《煤—矿物质的测定》，基本内容相同，测定步骤中本标准所用设备为普通干燥箱，ISO 标准为真空干燥箱。

本标准从生效之日起同时代替 GB/T 7560—1987《煤中矿物质的测定方法》。

本标准与 GB/T 7560—1987 相比，做了如下修改：

1. 依据 GB/T 483—1998《煤炭分析试验方法一般规定》对原标准的名词术语做了修改。
2. 将原标准 4.7“……测定灰中氧化铁含量”改为“测定煤中氧化铁含量”。
3. 在原标准 4.1 后增加“注：对于静置片刻不易分层的煤样，可采用离心分离”。

本标准的附录 A 为提示的附录。

本标准由原国家煤炭工业局提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：煤炭科学研究总院煤炭分析实验室。

本标准主要起草人：邱 蔚、张克芮。

本标准首次发布日期为 1987 年 3 月 30 日。

本标准由煤炭科学研究总院煤炭分析实验室负责解释。

中华人民共和国国家标准

GB/T 7560—2001
eqv ISO 602:1983(E)

煤中矿物质的测定方法

代替 GB/T 7560—1987

Determination of mineral matter in coal

1 范围

本标准规定了煤中矿物质测定用仪器设备、试剂、煤样制备、测定步骤、结果计算和精密度。本标准适用于褐煤、烟煤、无烟煤。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 212—2001 煤的工业分析方法 (eqv ISO 11722:1999, eqv ISO 1171:1997, eqv ISO 562:1998)

GB/T 215—1996 煤中各种形态硫的测定方法 (eqv ISO 157:1975)

GB 474—1996 煤样的制备方法 (eqv ISO 1988:1975)

GB/T 483—1998 煤炭分析试验方法一般规定

GB/T 3558—1996 煤中氯的测定方法 (eqv ISO 352:1981)

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 矿物质 mineral matter

煤中矿物质是赋存在煤中的无机物,不包括游离水,但包括化合水。

4 方法提要

煤样用盐酸和氢氟酸处理,计算用酸处理后煤样的质量损失;测定酸处理过的煤样的灰分及氧化铁含量,经分别计算扣除氧化铁后残留灰分及酸处理过的煤样中黄铁矿含量;再测定酸处理过的煤样中氯的含量,以计算其吸附盐酸的量,根据以上结果,计算出煤中矿物质含量。

5 仪器设备

5.1 恒温水浴:能保持 (60 ± 5) °C温度范围;

5.2 空气干燥箱:能控制在 $105 \sim 150$ °C的温度范围内,并带有鼓风装置;

5.3 分析天平:感量 0.1 mg;

5.4 带盖塑料烧杯:容量 $200 \sim 250$ mL;

5.5 塑料漏斗:直径约 62 mm;

5.6 带盖称量瓶:直径约 66 mm,高约 33 mm。

6 试剂

- 6.1 盐酸(GB/T 622);密度 1.18 g/mL;
- 6.2 盐酸: $c(\text{HCl})=5 \text{ mol/L}$;取 417 mL 盐酸(6.1)用水稀释至 1 000 mL。
- 6.3 氢氟酸(GB/T 620);密度 1.13 g/mL;
- 6.4 乙醇(GB/T 679);95%;
- 6.5 蒸馏水。

7 分析煤样的制备

按 GB 474 将煤样制成小于 0.2 mm, 并达到空气干燥状态。

8 预备试验

- 8.1 按 GB/T 212 测定煤样中的水分和灰分。
- 8.2 把一张直径为 12.5 cm 的致密慢速定性滤纸叠成锥形, 和约四分之一张滤纸一起放入带盖的称量瓶中, 开启瓶盖, 再移入预先升温到约 50°C 的干燥箱中干燥 1 h, 然后进行检查性干燥。每次约 30 min, 直到连续两次称量之差小于 0.001 g 或质量开始增加时为止, 然后在大气中放置 1 h, 称量(以 m_s 表示), 备用。

9 测定步骤

9.1 准确称取煤样 6 g(称准至 0.000 2 g), 放入塑料烧杯中, 加入乙醇(6.4)1~2 mL 润湿煤样, 再缓慢加入盐酸(6.2)40 mL, 用塑料棒充分搅拌, 使煤样完全被盐酸润湿, 盖上烧杯盖, 将塑料烧杯置于 55~60°C 的恒温水浴(5.1)中, 每隔 5~10 min 搅拌一次, 45~50 min 后, 取出烧杯, 静置片刻, 倾泻清液至本标准 8.2 规定的滤纸中过滤。

注: 对于静置片刻不易分层的煤样, 可采用离心分离。

9.2 用少量热水 5~10 mL 将滤纸上的煤样洗入原塑料烧杯中, 缓慢加入氢氟酸(6.3)40 mL, 按本标准 9.1 所述的方法, 重复加热处理, 并用原滤纸过滤。

9.3 用少量热水 5~10 mL 将滤纸上的煤样洗入原塑料烧杯中, 缓慢加入盐酸(6.1)50 mL, 按本标准 9.1 所述的方法, 重复加热处理, 并用原滤纸过滤, 然后用本标准 8.2 规定的四分之一张滤纸擦洗塑料烧杯和塑料棒, 以使煤样全部转移到滤纸上。用热水洗涤滤纸和酸处理过的煤样, 直到洗液体积约 400~500 mL 为止。

9.4 将酸处理过的煤样连同滤纸(包括四分之一张滤纸)一起放入本标准 8.2 规定的带盖的称量瓶中, 开启瓶盖再移入预先加热到(50±5)°C 的干燥箱中, 在鼓风条件下, 干燥约 5~6 h, 取出, 放在干燥器内约 25 min 后称量, 然后进行检查性干燥, 每次约 1 h, 直到连续两次称量之差小于 0.005 g 或质量开始增加时为止。

9.5 将已干燥的盛有煤样和滤纸的称量瓶, 在大气中放置 1 h, 使其湿度与大气达到平衡, 再称量(以 m_b 表示), 以此质量计算酸处理后煤样的质量(以 m' 表示), 按式(1)计算:

$$m' = m_b - m_s, \quad \dots\dots\dots(1)$$

9.6 用小勺把滤纸上的煤样尽可能多地移入带盖的称量瓶中, 结块的煤样用小勺压碎, 搅拌均匀, 盖紧称量瓶的盖, 供以下各项测定用。

9.7 按 GB/T 212 测定酸处理过的煤样的水分和灰分。然后按 GB/T 215 中规定的测定硫化铁硫的测定步骤测定酸处理过的煤样中的 Fe 的含量, 然后按下式计算酸处理过的煤样中 Fe_2O_3 的含量。

$$\text{Fe}_2\text{O}_3 = 1.43\text{Fe} \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: Fe_2O_3 ——酸处理过的煤样中氧化铁的含量, %;

1.43——由 Fe 换算成 Fe_2O_3 因数。

9.8 准确称取酸处理过的煤样 0.5 g(称准至 0.000 2 g), 并按 GB/T 3558 测定氯的含量, 再按式(3)计算吸附盐酸的量:

$$\text{HCl} = 1.028\text{Cl} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中: HCl——酸处理过的煤样中吸附盐酸的量, %;

1.028——由氯换算成盐酸的因数。

10 结果计算

10.1 煤中矿物质含量按式(4)计算。

$$\text{MM} = \frac{m_1 - m_2 + m_3 + m_4 + 1.1m_5}{m_1} \times 100 \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中: MM——煤中矿物质含量(m/m), %;

m_1 ——干燥的煤样质量, g;

m_2 ——干燥的酸处理后煤样质量, g;

$$m_2 = m' \cdot \frac{100 - M'_{\text{ad}}}{100}$$

m' ——酸处理后煤样质量(见 9.5);

M'_{ad} ——酸处理后煤样水分(见 9.7);

m_3 ——干燥的酸处理后煤样吸附的盐酸质量, g;

$$m_3 = \frac{100p_1}{100 - M'_{\text{ad}}} \cdot \frac{m_2}{100} = \frac{p_1 m_2}{100 - M'_{\text{ad}}}$$

p_1 ——酸处理后煤样吸附的盐酸含量百分数。

m_4 ——干燥的酸处理后煤样中黄铁矿质量, g;

$$m_4 = 1.5 \times \frac{100p_2}{100 - M'_{\text{ad}}} \cdot \frac{m_2}{100} = \frac{1.5 \times p_2 m_2}{100 - M'_{\text{ad}}}$$

p_2 ——酸处理后煤样的 Fe_2O_3 含量百分数, %;

1.5——由 Fe_2O_3 换算成 FeS_2 的系数。

m_5 ——扣除 Fe_2O_3 后残留的灰分的质量, g;

$$m_5 = \frac{100(A' - p_2)}{100 - M'_{\text{ad}}} \times \frac{m_2}{100} = \frac{(A' - p_2) \cdot m_2}{100 - M'_{\text{ad}}}$$

A' ——酸处理后煤样的灰分含量百分数(见 9.7)。

1.1——硅和铝化合物换算成含水矿物质的近似校正系数。

10.2 矿物质因数按式(5)计算:

$$F_{\text{MM}} = \frac{\text{MM}}{A_{\text{d}}} \quad \dots\dots\dots(5)$$

式中: F_{MM} ——矿物质因数;

MM——煤样中矿物质含量, %;

A_{d} ——煤样的灰分, % (即以本标准 8.1 的规定测得的灰分换算成干燥基)。

计算实例见附录 A(提示的附录)。

11 精密度

煤中矿物质测定的精密度见表 1。

表 1 煤中矿物质测定的精密度

矿物质含量/%	重复性限
MM	0.40

附录 A

(提示的附录)

矿物质测定结果计算实例

A1 煤样按本标准方法测定矿物质含量的各项测定值如下:

A1.1 煤样质量	$m = 6.000 0 \text{ g}$
煤样水分含量	$M_{\text{ad}} = 1.24\%$
煤样灰分含量	$A_{\text{ad}} = 33.33\%$
A1.2 酸处理后煤样的各项测定值	
煤样质量	$m' = 4.131 3 \text{ g}$
煤样水分	$M'_{\text{ad}} = 1.50\%$
煤样灰分	$A'_{\text{ad}} = 7.83\%$
吸附盐酸量	$p_1 = 0.64\%$
吸附三氧化二铁量	$p_2 = 7.11\%$

A2 矿物质含量计算

A2.1 干燥煤样质量	$m_1 = \frac{100-1.24}{100} \times 6.000 0 = 5.925 6 \text{ g}$
A2.2 干燥煤样灰分	$A_d = \frac{100}{100-1.24} \times 33.33 = 33.75\%$
A2.3 干燥的酸处理后煤样质量	$m_2 = 4.131 3 \times \frac{100-1.50}{100} = 4.069 3 \text{ g}$
A2.4 干燥的酸处理后煤样吸附的盐酸质量	$m_3 = \frac{0.64 \times 4.069 3}{100-1.50} = 0.026 4 \text{ g}$
A2.5 干燥的酸处理后煤样中黄铁矿质量	$m_4 = \frac{1.5 \times 7.11 \times 4.069 3}{100-1.50} = 0.440 6 \text{ g}$
A2.6 扣除 Fe_2O_3 后残留的灰分质量	$m_5 = \frac{(7.83-7.11) \times 4.069 3}{100-1.50} = 0.029 7 \text{ g}$
A2.7 干燥煤样矿物质总质量	$M_1 = m_1 - m_2 + m_3 + m_4 + 1.1m_5 = 2.356 1 \text{ g}$
A2.8 干燥基矿物质含量	$MM = \frac{m_1}{m_1} \times 100 = \frac{2.356 1}{5.925 6} \times 100 = 39.76\%$
A2.9 矿物质因素	$\frac{MM}{A_d} = \frac{39.76}{33.75} = 1.18\%$