

ГОУ ВПО «Донецкий национальный технический университет»  
Кафедра «Обогащение полезных ископаемых»



## **МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ**

к выполнению практических работ по дисциплине

## **ФИЗИКО-ХИМИЧЕСКИЕ СВОЙСТВА ГОРЮЧИХ ИСКОПАЕМЫХ И МЕТОДЫ ИХ ИССЛЕДОВАНИЯ**

Для студентов специальности 21.05.04 "Горное дело" специализации  
"Обогащение полезных ископаемых"

Утверждено  
научно-издательским советом ДонНТУ  
Протокол № 2 от 23.03.2017 г.

Утверждено на заседании  
методической комиссии по специальности  
"Обогащение полезных ископаемых"  
Протокол № 6 от 20 января 2017 г.

Донецк

2017 г.

УДК 622.7

Методические указания к выполнению практических работ по дисциплине «Физико-химические свойства горючих ископаемых и методы их исследования» / Сост.: доц. В.Г. Самойлик. – Донецк: ДонНТУ, 2017. - 40 с.

Методические указания предназначены для студентов специальности 21.05.04 "Горное дело" специализации "Обогащение полезных ископаемых" стационарной и заочной формы обучения.

Определены цель, содержание и порядок выполнения практических работ, направленных на освоение методов исследования физических и физико-химических свойств твёрдых горючих ископаемых.

Выполнение экспериментальной части практических работ ориентировано на применение действующих стандартов и приборных методов измерения.

Составитель: доц., к.т.н. Самойлик В. Г.

## Введение

Твёрдые горючие ископаемые (ТГИ) образовались из остатков растительного или животного происхождения и называются *каустобиолитами* (от греческих *каустос* - горючий, *биос* - жизнь, *литос* - камень).

Согласно современным воззрениям, образование тех или иных видов горючих ископаемых определяется типом исходного органического вещества и условиями его образования. Многие виды твёрдых горючих ископаемых произошли из наземной растительности. Её остатки накапливались в лесных и тростниковых болотах и озерах, затем подвергались биохимическим превращениям, сначала образуя торф. При погружении в водоёмы с течением времени под воздействием температуры и давления торф превращался последовательно в бурые, каменные угли и антрациты. Из высших растений образовались ТГИ, именуемые *гумитами* (от латинского слова гумус - земля).

Из наиболее стойких частей высших растений (восков, смол, спор, пыльцы и т.п.) образовались ТГИ, именуемые *липтобиолитами* (от греческого лейптос – остаточный). Эти фрагменты весьма устойчивы и могут накапливаться при формировании осадка. К типичным липтобиолитам относятся пирописит, янтарь, кутикулит, ткибульский смоляной уголь.

В застойных водоёмах могли образовываться отложения биохимического превращения микроводорослей и животных организмов - планктона. Из них образовались ТГИ, именуемые *сапронелитами* (от греческих слов сапрос – гнилой, пелос – ил). Типичными их представителями являются сапронели и богхеды. К высокозольным разновидностям сапронелитов относятся горючие сланцы.

Разнообразие видов твёрдых горючих ископаемых предопределяет существенное различие в их составе, физических и физико-химических свойствах. Знание этих свойств даёт возможность определить возможные направления использования ТГИ в народном хозяйстве.

Целью практических работ по курсу «Физико-химические свойства горючих ископаемых и методы их исследования» является изучение основных свойств ТГИ, освоение экспериментальных методов определения их физических и физикохимических характеристик.

Проведение практических работ сопряжено с использованием электрооборудования. Поэтому для качественного проведения практических работ необходима тщательная самоподготовка студентов, включающая:

- предварительное изучение соответствующих инструкций по правилам техники безопасности и неукоснительное их соблюдение в процессе выполнения практических работ;

- освоение теоретического материала по рекомендуемой литературе и конспекту лекций;
- изучение методических указаний к конкретной практической работе, уяснение цели, задачи и методики выполнения работы;
- ознакомление с требованиями, предъявляемыми к отчету по практической работе и подготовка необходимых таблиц для записи результатов исследований.

Работы выполняются подгруппами, которые по указанию преподавателя делятся на бригады по 2-3 человека. В начале занятий преподаватель контролирует готовность студентов к проведению текущей практической работы и принимает отчеты по предыдущей. Отчет о работе - индивидуальный, составляется на листах бумаги формата А4.

## ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 1

### ПОДГОТОВКА ПРОБ ДЛЯ АНАЛИЗА ТГИ

#### 1. Общие положения

Свойства, определяемые при оценке качества ТГИ, характеризуются определёнными показателями, количественные значения которых зависят от условий отбора, подготовки, и хранения проб; метода, которым проведено исследование. В связи с этим, получение сравнимых показателей качества ТГИ возможно только при использовании стандартных методов отбора, приготовления и анализа проб.

Обработка проб включает в себя последовательные операции дробления, сокращения, измельчения и деления пробы с целью приготовления лабораторных и аналитических проб, пригодных для выполнения соответствующих исследований.

*Лабораторная проба* – проба, полученная в результате обработки объединённой пробы до крупности 0-3 (0-10) мм и предназначенная для лабораторных испытаний и подготовки аналитических проб.

Методика подготовки лабораторных проб для различных видов ТГИ регламентируется следующими стандартами: ГОСТ 17644-83 «Торф. Методы отбора проб из залежи и обработки их для лабораторных испытаний», ГОСТ 10742-71 «Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний».

*Аналитическая проба* – проба, полученная в результате обработки объединённой или лабораторной пробы и предназначенная для проведения анализов. Аналитическая проба обычно характеризуется крупностью 0-0,2 мм.

Аналитическую пробу готовят в соответствии со следующими стандартами: ГОСТ 11303-2013 «Торф и продукты его переработки. Метод приготовления аналитических проб», ГОСТ 10742-71 «Угли бурые, каменные, антрацит, горючие сланцы и угольные брикеты. Методы отбора и подготовки проб для лабораторных испытаний».

Обработка проб складывается из последовательных операций измельчения (дробления), перемешивания и сокращения (деления), причем число таких циклов зависит от крупности кусков угля в объединённой пробе. При крупности кусков менее 150 мм обработку пробы проводят в две ступени: приготавливают лабораторную, а затем аналитическую пробы. При крупности кусков более 150 мм разделка пробы состоит из трёх циклов: на первой промежуточной ступени уголь дробят до крупности 0-25 или 0-13 мм и из сокращенной массы приготавливают лабораторную, а затем аналитическую пробы.

Чтобы сохранить представительность пробы в процессе разделки, необходимо соблюдать определенное соотношение между степенью измельчения и минимальной массой сокращенной пробы (табл. 1.1).

Таблица 1.1 – Допускаемые соотношения между массой пробы и степенью измельчения топлива

Размер максимальных кусков в дробленой пробе, мм	Минимальная масса пробы после сокращения, кг	
	обогащенное топливо	необогащенное топливо
20 (25)	5,0	30
10(13)	1,5	10
3(5)	0,6	2,0
1,6	0,2	1,0
1,0	0,15	0,6
0,2	0,085	0,085

Примечание. В скобках указаны допускаемые размеры кусков.

Из данных табл. 1.1 можно сделать два основных вывода. Во-первых, не допускается сокращать пробу с размерами кусков более 20 мм, т. е. если в пробе имеются куски размером более 20 мм, то такую пробу необходимо сначала додробить, и только после этого приступить к сокращению. Во-вторых, в лабораторию на анализ должны поступать аналитические пробы массой не менее 85 г (обычно 100-150 г). Лабораторную пробу разрешается делить на требуемое число экземпляров (дубликатов) при условии, что масса каждого экземпляра лабораторной пробы будет не менее 0,6 кг.

Все операции по обработке первичных проб производят механизированным способом с применением комплексных проборазделочных машин, последовательно выполняющих весь цикл приготовления лабораторных и аналитических проб, или с помощью механизмов, предназначенных для проведения отдельных операций (дробилки, сократители, делители). При необходимости допускается производить обработку проб вручную (флотационный концентрат, шлам и др.).

При трехступенчатой обработке проб дробление угля до менее 20 (или менее 10) мм производится в щековых или валковых дробилках. При двухступенчатой – объединённая проба измельчается до лабораторной в молотковых или конических дробилках различных конструкций. Измельчение до аналитической крупности (менее 0,2 мм) может производиться в шаровых, стержневых, вибрационных, барабанно-вальцовых мельницах и дисковых истирателях.

Механические сократители работают по принципу отбора от измельченной пробы небольших порций. Основные типы механических сократителей – ковшовые и секторные. В секторном сократителе-порционере происходит непрерывный отбор с помощью «делительного сектора». «Делительный сектор» представляет собой вращающийся в потоке топлива диск с отверстием в виде сектора.

Механические делители предназначены для деления уже сокращенной пробы на требуемое число экземпляров, равных по массе и одинаковых по показателям качества топлива.

Разделка лабораторной пробы до аналитической складывается из операций подсушивания, измельчения и сокращения.

Подсушивание угля проводят до состояния, близкого к воздушно-сыхому. Для этого лабораторную пробу высыпают на противень слоем не более 1 г/см<sup>2</sup> и сушат её на воздухе или устанавливают противень в предварительно нагретый сушильный шкаф и подсушивают при температуре не более 40°C, время от времени перемешивая. Пробу охлаждают на воздухе и измельчают в один приём в дробилке или мельнице лабораторного типа до крупности менее 0,2 мм. Периодически проверяют крупность аналитической пробы, проводя контрольное просеивание через сито с сеткой № 02.

Основное требование к процессу измельчения – проба должна быть измельчена полностью, т. е. не допускается отбрасывание трудноизмельчаемых включений (например, породы). Это положение относится к ручному и механическому измельчению проб, а также к доизмельчению остатка, не прошедшего через сито при контрольном просеивании угля.

## **2. Цель работы**

Изучение методов подготовки лабораторных и аналитических проб.

## **3. Аппаратура, приспособления, материалы**

Дробилка для дробления объединённых проб.

Механический истиратель для измельчения лабораторных проб.

Делители и сократители для сокращения первоначальной массы проб и деления сокращенной части пробы на требуемое количество экземпляров.

Встряхиватель и набор сит для отсева проб.

Противни для подсушивания, сокращения и деления проб.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающий устойчивую температуру нагрева в пределах 35-55°C и 105-135°C.

Весы технические.

## **4. Содержание работы**

### **4.1. Получение лабораторной пробы**

Навеску угля крупностью менее 50 мм весом 10 кг дробят в дробилке до крупности менее 3 мм. Контроль крупности осуществляют на ситах с отверстием 3 мм. Уголь крупностью более 3 мм додрабливают и объединяют с подситным продуктом.

Уголь крупностью 0-3 мм последовательно перемешивают и сокращают до массы 1,2 кг. Полученную лабораторную пробу делят на 2 части массой 0,6 кг.

### **4.2. Получение аналитической пробы**

Разделка лабораторной пробы до аналитической складывается из операций подсушивания, измельчения и сокращения.

Две полученные лабораторные пробы высыпают на противни слоем не более 1 г/см<sup>2</sup>, устанавливают их в предварительно нагретый сушильный шкаф и подсушивают при температуре не более 40°C, время от времени перемешивая. Пробу охлаждают на воздухе и измельчают в один приём в истирателях до крупности менее 0,2 мм. Периодически проверяют крупность аналитической пробы, проводя контрольное просеивание через сито с сеткой № 02.

Измельченную пробу вручную сокращают до массы 85-100 г.

## **5. Содержание отчета:**

- раскрыть понятия «лабораторная проба», «аналитическая проба»;
- описание методики подготовки лабораторных проб;
- допускаемые соотношения между массой пробы и степенью измельчения топлива;
- основное требование к процессу измельчения при подготовке аналитической пробы.

## **6. Контрольные вопросы**

1. Чем отличается лабораторная проба от аналитической?
2. Как зависит число циклов подготовки проб от крупности исходного топлива?
3. Для чего применяются механические делители?
4. Укажите минимальную массу пробы после сокращения при крупности небогатенного угля в ней 0-13 мм.

*Литература:* [1] с. 53 - 62.

## ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 2

### МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ОБЩЕЙ ВЛАГИ

#### 1. Общие положения

Влага является неизбежным компонентом всех видов ТГИ, содержание которой связано как с генетическими факторами торфо- и углеобразования и условиями залегания ТГИ в недрах, так и способами их добычи, хранения и переработки.

Влага топлива в пласте в его естественном залегании называется пластовой. Обычно пласты топлива содержат воду в значительно большем количестве, чем это свойственно природе и возрасту ТГИ, поэтому содержание пластовой влаги зачастую не является характерным показателем для данного вида топлива.

Кусок топлива, добытый из пласта, теряет на воздухе влагу, находящуюся на внешней поверхности куска, так называемую влагу смачивания, или свободную. После удаления этой влаги в куске свежедобытого ТГИ, который полностью насыщен водой, остается влага, свойственная данному виду топлива, его химической природе, петрографическому составу и степени углефикации. Содержание этой влаги в топливе (влагосодержание) можно приблизительно оценить с помощью такого показателя, как максимальная влагоёмкость.

Понятие «влагосодержание» объединяет влагу различных видов. Куски топлива пронизаны трещинами, а также закрытыми и открытыми порами (капиллярами) различных размеров. Из-за высокой пористости внутренняя поверхность 1 г угля достигает нескольких десятков квадратных метров. На внешней и внутренней поверхностях ТГИ сорбируются молекулы воды. Различают наиболее прочно удерживаемый мономолекулярный слой и последующие слои молекул воды, связь которых с поверхностью твёрдого постепенно ослабевает. Эта адсорбционно-связанная вода образует пленку на внешней и внутренней поверхностях, на стенках трещин и пор. Кроме того, в недрах, где пласты ТГИ обводнены, трещины и поры заполняются водой (капиллярная влага). Уголь в залежи насыщается водой в течение всего процесса углефикации, поэтому в куске свежедобытого угля не только открытые, но и закрытые поры (не сообщающиеся с внешней средой) заполнены водой. Влага закрытых пор удаляется только после измельчения угля.

Гидратная вода входит в состав минеральной части углей в виде кристаллогидратов, например, глин (алюмосиликаты состава  $x\text{SiO}_2 \cdot y\text{Al}_2\text{O}_3 \cdot m\text{MeO} \cdot n\text{H}_2\text{O}$ ) и гипса ( $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ). Таким образом, вода в ТГИ находится в различных состояниях: в виде капель, пленок, молекул, адсорбированных на поверхности, в виде капиллярной влаги, а также может входить в состав минеральной части угля.

Эти виды влаги не равноценны по прочности связи между водой и твёрдой поверхностью и, соответственно, обладают разными свойствами. Механически наименее прочно связана с твёрдой фазой свободная влага, остающаяся на внешней поверхности кусков после смачивания их водой. Эта влага топлива обладает свойствами обычной воды.

Адсорбционная влага связана с внешней и внутренней поверхностями твёрдой фазы силами молекулярного взаимодействия, и поэтому по своим свойствам она отличается от обычной воды: ей свойственны пониженная упругость пара, повышенная плотность, неспособность растворять электролиты и пониженная температура замерзания (для мономолекулярного слоя – 70°C). С ростом числа слоев молекул воды прочность связи с поверхностью ослабевает, и свойства адсорбционной влаги постепенно приближаются к обычной воде. Отсюда ясно, что невозможно провести четкое разделение влаги в порах на адсорбционную и капиллярную.

Наиболее прочно удерживается углем химически связанная гидратная влага, которая не удаляется при определении влажности ТГИ высушиванием и может быть выделена только при разложении минеральной части топлива. Поэтому ни в один из параметров, характеризующих влажность ТГИ, гидратная влага не входит.

Отсутствие четких границ между отдельными видами влаги затрудняет их количественное определение.

В соответствии с принятыми на практике методами анализа влагу топлива подразделяют на влагу внешнюю и влагу воздушно-сухого топлива.

**Влага внешняя** – часть общей влаги топлива, которая удаляется при его высушивании до воздушно-сухого состояния.

**Влага воздушно-сухого топлива** – часть общей влаги топлива, которая остается в нём после высушивания до воздушно-сухого состояния.

Для характеристики влажности топлива в целом (влагосодержание топлива) используют термин **общая влага** – общее содержание внешней влаги и влаги воздушно-сухого топлива.

Такое деление, с точки зрения представления о видах влаги, можно оценить следующим образом. При высушивании угля на воздухе удаляется свободная влага с внешней поверхности кусков и капиллярная влага из открытых трещин и пор (внешняя влага). В воздушно-сухом угле остаются капиллярная влага закрытых пор, адсорбционная влага и гидратная влага. При высушивании измельченного угля при 105°C из пор, вскрытых при измельчении, удаляются капиллярная и адсорбционная влаги.

Методы определения общей влаги регламентированы в следующих стандартах:

ГОСТ 11305-2013 «Торф и продукты его переработки. Методы определения влаги»;

ГОСТ Р 52911-2008 (ИСО 589:2003, ИСО 5068-1:2007) «Топливо твёрдое минеральное. Методы определения общей влаги»;

ГОСТ 11014-2001 «Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Ускоренные методы определения влаги».

## **2. Цель работы**

Изучение методов определения общей влаги.

## **3. Аппаратура, приспособления, материалы**

Шкаф сушильный электрический с терморегулятором, обеспечивающим устойчивую температуру нагрева  $(160 \pm 5)^\circ\text{C}$ , с естественной вентиляцией воздуха.

Весы лабораторные с погрешностью взвешивания не более 0,002 г.

Бюксы стеклянные или алюминиевые с крышками. Диаметр бюксы должен быть таким, чтобы на  $1\text{ см}^2$  поверхности приходилось не более 0,30 г пробы крупностью менее 3 мм (при массе навески около 10 г).

Эксикатор со свежепросушенным силикагелем или другим осушающим веществом.

## **4. Содержание работы**

Определение общей влаги производится ускоренным методом по ГОСТ 11014-2001.

Сущность метода заключается в высушивании навески воздушно-сухого угля крупностью не более 3 мм при температуре  $((160 \pm 5)^\circ\text{C})$  и вычислении массовой доли влаги по потере массы.

Из пробы крупностью не более 3 мм отбирают в бюксы навески массой  $(10 \pm 1,0)$  г, взвешивая на лабораторных весах с погрешностью не более 0,002 г. Открытые бюксы помещают в сушильный шкаф, предварительно нагретый до температуры  $(160 \pm 5)^\circ\text{C}$ , и при этой температуре сушат 20 минут.

После окончания сушки бюксы вынимают из сушильного шкафа, закрывают крышками и охлаждают 5 мин на металлической подставке, затем в эксикаторе до комнатной температуры, после чего взвешивают.

За величину общей влаги топлива ( $W_t$ ), определяемую одноступенчатыми методами, принимают общую убыль массы навески топлива, отнесенную к массе исходной навески и выраженную в процентах:

$$W_t = m_1 \cdot 100 / m, \%$$

где  $m_1$  – потеря массы при сушке навески топлива, г;

$m$  – масса навески пробы топлива, г.

Результат определения общей влаги, представляющий собой среднее арифметическое двух параллельных определений, вычисляют с точностью до 0,01% и округляют до 0,1%.

### **5. Содержание отчета:**

- общая характеристика видов влаги в твёрдом топливе;
- методика определения общей влаги в угле;
- результаты определения общей влаги.

### **6. Контрольные вопросы**

1. Виды влаги в топливе, краткая характеристика.
2. В чём заключается сущность ускоренного метода определения общей влаги?
3. Как вычисляется величина общей влаги топлива?

*Литература:* [1] с. 102 – 122; [2] с. 52 – 58.

## ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 3

### МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ЗОЛЬНОСТИ ТВЁРДОГО ТОПЛИВА

#### **1. Общие положения**

Твёрдое топливо всех видов содержит примесь минеральных веществ, которые составляют его минеральную массу. По своему происхождению минеральные вещества ТГИ можно разделить на внутренние и внешние.

*Внутренние* образуются из минеральной части исходных растительных материалов и состоят преимущественно из оксидов щелочных и щелочно-земельных металлов. В них отсутствуют оксиды алюминия и очень мало кремнезёма.

*Внешние* состоят из минеральных частичек, не связанных с исходными растениями и привнесены в топливо извне. По способу попадания в топливо внешние минеральные примеси подразделяются на первичные, вторичные и случайные.

*Первичные* минеральные примеси относятся к принесенным водой и ветром неорганическим материалам, отложенным в торфянике одновременно с отмершими растениями. Эти неорганические материалы вместе с минеральными веществами растений принимали участие во всех стадиях углеобразования.

*Вторичные* минеральные примеси образовались от инфильтрации растворимых в подземных водах неорганических солей, проникающих в трещины, поры и между слоями уже сформировавшегося пласта угля. Такие инфильтрующиеся минеральные вещества встречаются в трещинах сокращения витренов и клеточных полостях фюзенов.

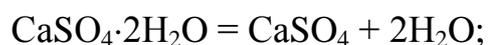
*Случайные* минеральные примеси привносятся в топливо из почвы, кровли и породных прослоек пластов. Количество таких минеральных веществ зависит от условий залегания углей в сопровождающих породах и от способа их добычи. Эти минеральные примеси легче всего могут быть удалены из ТГИ.

Минеральная масса ТГИ представляет собой смесь разнообразных неорганических веществ. В большинстве случаев её основу составляют силикаты алюминия, железа, кальция, магния, натрия, калия, главным образом в виде глинистых минералов, и кремнезем (кварц). В минеральной массе топлива часто встречаются дисульфиды железа (пирит и марказит), карбонаты кальция, магния (кальцит, доломит) и железа (сидерит), сульфаты кальция (гипс), железа и алюминия, оксиды железа, кальция, хлориды, а также соединения редких и рассеянных элементов. В особую группу выделяют органо-минеральные соединения углей, например, соли гуминовых кислот, гуматы.

Сложность состава минеральной части ТГИ, а также разнообразие форм её связи с органической массой вызывает большие трудности аналитического определения минеральных компонентов в неизменном состоянии. Таким образом, о содержании минеральных веществ в ТГИ ( $M$ ) приходится судить косвенно по количеству золы ( $A$ ), остающейся после сжигания навески топлива при свободном доступе кислорода воздуха. Следовательно, золой называется твёрдый продукт полного окисления и термохимических превращений минеральной части ТГИ.

В результате сжигания топлива удаляются его органические вещества в виде образующихся газообразных оксидов, а минеральные вещества претерпевают глубокие превращения преимущественно с потерей массы. Основные превращения минеральных компонентов ТГИ сводятся к следующему:

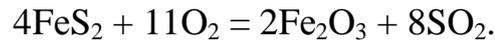
- дегидратация, т. е. удаление гидратной влаги из алюмосиликатов (глин), оксидов и гидроксидов железа (гематитов) при температуре выше  $500^{\circ}\text{C}$  с образованием  $\text{Al}_2\text{O}_3$ ,  $\text{SiO}_2$ ,  $\text{Fe}_2\text{O}_3$  и  $\text{H}_2\text{O}$ , а также из гипса:



- разложение карбонатов с выделением диоксида углерода в интервале температур  $500\text{-}900^{\circ}\text{C}$ :



- окисление дисульфидов железа (пирит, марказит) начинается при 400-500°C:

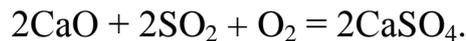


- разложение сульфата железа протекает при 850-950°C:



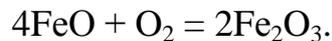
- улетучивание хлоридов и соединений щелочных металлов происходит при температуре выше 500°C;

- образование сульфата кальция происходит в интервале температур 700-1100°C:



Эта реакция протекает по мере выделения  $\text{SO}_2$  при сгорании органической серы и окислении дисульфида железа, а также разложения карбонатов, содержащихся в минеральной массе углей;

- окисление соединений  $\text{Fe}^{2+}$  до  $\text{Fe}^{3+}$ :



Этот процесс происходит обычно после полного сжигания органической массы ТГИ и является основной причиной увеличения массы золы при контрольных прокаливаниях.

На основании реакций, происходящих в минеральной массе при озолении топлива, можно сделать следующие общие выводы.

1. В процессе сжигания топлива и прокаливания остатка химический состав минеральной массы значительно изменяется, поэтому масса и состав золы никогда не бывают равны массе и составу минеральных веществ ТГИ.

2. Среди реакций, протекающих в минеральной массе при озолении, преобладают реакции разложения, поэтому зольность топлива всегда получается несколько меньше, чем содержание минеральной массы.

3. Каждая из приведенных реакций протекает на определенных стадиях озоления топлива, в определенном интервале температур. В соответствии с этим масса и состав золы, полученной при озолении одного и того же вида ТГИ при разных температурах, например при 500, 800 и 1000°C, будут отличаться друг от друга.

Отсюда следует, что зольность – понятие условное, так как масса и состав золы зависят в основном от условий озоления топлива и, прежде всего, от скорости озоления и конечной температуры прокаливания.

Для того чтобы иметь возможность сравнивать ТГИ и продукты их переработки по зольности, необходимо определять этот важнейший параметр качества в одинаковых (стандартных) условиях.

## **2. Цель работы**

Изучение методов определения зольности твёрдого топлива.

## **3. Аппаратура, приспособления, материалы**

Весы лабораторные с пределом допускаемой погрешности  $\pm 0,1$  мг.

Муфельная печь с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающим нагрев до температуры  $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ , имеющая рабочую зону подходящего размера, в которой устойчиво поддерживается требуемая температура. Вентиляция в муфельной печи должна обеспечивать смену воздуха от 5 до 10 раз в минуту.

Преобразователь термоэлектрический (термопара) типа ТХА для контроля температуры в рабочей зоне муфельной печи с измерительным устройством.

Лодочки для сжигания навески топлива из фарфора.

Пластина толщиной 6 мм, изготовленная из кварца, размер которой позволяет легко вставлять её в муфельную печь.

Эксикаторы.

## **4. Содержание работы**

Стандартный метод определения зольности (ГОСТ Р 55661-2013 «Топливо твёрдое минеральное. Определение зольности») распространяется на лигниты, бурые, каменные угли, антрациты, горючие сланцы, продукты обогащения, брикеты, кокс, термоантрацит, породные прослойки, сопровождающие пласты угля и горючих сланцев.

Суть метода заключается в полном сжигании навески топлива (озоления), прокаливании зольного остатка до постоянной массы при  $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$  и определении массы образовавшейся золы. Метод может выполняться двумя способами, различающимися скоростью озоления и, следовательно, общей продолжительностью анализа: медленное и ускоренное озоление.

В обоих случаях зольность определяют из аналитической пробы топлива, доведенной до воздушно-сухого состояния. Масса навески топлива составляет  $1 \pm 0,1$  г.

Лодочки (тигли) фарфоровые или кварцевые должны быть пронумерованы, прокалены до постоянной массы при  $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$  и взвешены. Все взвешивания проводят на весах с пределом допускаемой погрешности  $\pm 0,1$  мг. Лодочки (тигли) всегда должны храниться в эксикаторе с осушающим веществом. Перед каждым взятием навески масса лодочки (тиглия) уточняется. Размеры лодочки (тиглия) должны быть такими, чтобы слой топлива не превышал  $0,15 \text{ г/см}^2$ .

Определение зольности угля проводим методом **ускоренного озоления** с естественной вентиляцией.

Две лодочки с навесками угля помещают на пластину из жаропрочного материала, устанавливая их у края рабочего пространства муфельной печи, предварительно нагретой до  $(815 \pm 10)^\circ\text{C}$ , в зоне пониженной температуры.

В таком положении при открытой дверце печи пластину выдерживают 3 мин. Затем пластину с лодочками продвигают внутрь муфеля со скоростью 2 см/мин, закрывают дверцу печи и прокаливают в течение 25-35 мин.

Контрольные прокаливания продолжительностью по 15 мин проводят до достижения постоянной массы золы, т.е. до тех пор, пока разность между результатами двух последовательных взвешиваний станет менее 1 мг.

Зольность аналитической пробы твёрдого топлива ( $A^a$ ) вычисляют по формуле:

$$A^a = (m_3 - m_1)/(m_2 - m_1) \cdot 100,$$

где  $m_1$  – масса пустой лодочки, г;

$m_2$  – масса лодочки с навеской топлива, г;

$m_3$  – масса лодочки с золой, г.

Результат анализа, представляющий собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, рассчитывают до второго и округляют до первого десятичного знака.

### **5. Содержание отчета:**

- виды минеральных примесей в ТГИ;
- описание основных превращений минеральных компонентов ТГИ в процессе сжигания;
- методика определения зольности твёрдого топлива;
- результаты определения зольности угля.

### ***Контрольные вопросы***

1. Как разделяются минеральные вещества ТГИ по своему происхождению?
2. Опишите виды внешних минеральных примесей.
3. Перечислите основные превращения минеральных компонентов ТГИ в процессе озоления.
4. Укажите в чём заключаются различия между содержанием минеральных веществ в ТГИ и количеством золы.
5. В чём заключаются особенности определения зольности при ускоренном озолении?

*Литература:* [1] с. 123 – 130; [2] с. 59 – 66.

## ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 4

### МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ВЫХОДА ЛЕТУЧИХ ВЕЩЕСТВ

#### 1. Общие положения

Одно из основных свойств твёрдых топлив – способность к разложению (деструкции) их органической массы при нагревании без доступа воздуха. Это свойство лежит в основе многих технологических процессов переработки топлив (полукоксование, коксование, получение синтетического топлива).

В условиях нагрева без доступа воздуха образуются газо- и парообразные продукты разложения, называемые летучими веществами. В их состав входят: газы (окклюдированные; адсорбированные; неконденсирующиеся при нормальных условиях органические и минеральные составляющие топлива); жидкие продукты в парообразном состоянии (влаги пирогенетическая; маслянистые продукты разложения органической массы топлива, называемые смолой). К окклюдированным относятся газы, содержащиеся в углях при залегании их в пластах (шахтные газы и в том числе метан), а к адсорбированным – газы, поглощенные из атмосферы топливом после их добычи при хранении ( $O_2$ ,  $CO_2$ ,  $CO$ ,  $N_2$  и др.)

После удаления летучих веществ из зоны нагрева остается твёрдый остаток, называемый нелетучим. Он представляет собой продукт термохимических превращений органических и минеральных составляющих топлива. При этом, в случае получения спекшегося твёрдого нелетучего остатка его называют тигельным коксом или корольком.

Массу летучих веществ, образующихся при термическом разложении ТГИ без доступа воздуха в стандартных условиях, называют выходом летучих веществ. Этот показатель характеризует состав и химическое строение органической массы углей и служит для оценки термической устойчивости топлива. Чем выше выход летучих веществ, тем ниже устойчивость топлива к нагреванию, а значит, тем легче и глубже протекают процессы разложения его органической массы. Поэтому выход летучих веществ из бурых углей оказывается в среднем в 5-7 раз выше, чем из антрацитов.

Выход летучих веществ – один из классификационных параметров каменных углей и антрацитов. На основании значений выхода летучих веществ и характеристики нелетучего остатка можно ориентировочно оценить спекаемость углей, а также предугадать поведение топлива в технологических процессах переработки и предложить рациональные способы сжигания.

При определении выхода летучих веществ суммарно учитываются потери массы за счёт разложения органической и минеральной масс ТГИ. При значительной зольности топлива образующиеся продукты деструкции минеральной массы искажают величину выхода летучих веществ, поэтому, если испытание проводят с

целью классификации углей, зольность их не должна превышать 10%. Пробы с большей зольностью предварительно обогащают.

Выход летучих веществ обозначается символом  $V$ , а нелетучий остаток – символом  $NV$ .

## **2. Цель работы**

Изучение методов определения выхода летучих веществ.

## **3. Аппаратура, приспособления, материалы**

Муфельная печь с электронагревом и терморегулятором, обеспечивающим в рабочей зоне печи постоянную температуру  $(900\pm 5)^\circ\text{C}$ .

Преобразователь термоэлектрический для измерения температуры до  $1000^\circ\text{C}$  с измерительным устройством.

Цилиндрический тигель с хорошо подогнанной крышкой изготовленный из плавленного кварцевого стекла.

Подставка для тиглей из листовой жаропрочной стали.

Весы лабораторные с пределом допускаемой погрешности  $\pm 0,1$  мг.

## **4. Содержание работы**

Выход летучих веществ определяют по ГОСТ Р 55660-2013 ((ИСО 562:2010, ИСО 5071-1:1997) «Топливо твёрдое минеральное. Определение выхода летучих веществ»). Настоящий стандарт распространяется на лигниты, бурые и каменные угли, антрациты, горючие сланцы, продукты обогащения, брикеты, коксы и устанавливает гравиметрические методы определения выхода летучих веществ.

Сущность этих методов заключается в следующем.

Навеску воздушно-сухой пробы твёрдого топлива нагревают без доступа воздуха при температуре  $(900\pm 5)^\circ\text{C}$  в течение 7 мин. Выход летучих веществ в процентах рассчитывают по потере массы навески пробы за вычетом влаги.

### ***4.1. Определение выхода летучих веществ в группе каменных углей***

Во взвешенный тигель помещают навеску аналитической пробы топлива массой  $(1\pm 0,01)$  г. Закрывают тигель крышкой и взвешивают. Все взвешивания проводят с пределом допускаемой погрешности  $\pm 0,1$  мг. Готовят две параллельные пробы.

В муфельной печи устанавливают температуру  $(900\pm 5)^\circ\text{C}$ . Тигли с навесками, закрытые крышками, на специальной подставке переносят в муфельную печь, закрывают дверцу печи и оставляют на 7 мин  $\pm 5$  с.

Температура, понизившаяся при установке тиглей в печь, снова должна достичь  $(900 \pm 5)^\circ\text{C}$  не более чем за 4 мин. В противном случае испытание повторяют.

Вынимают подставку с тиглями из печи и охлаждают на металлической пластине в течение 5 мин. После этого тигли, закрытые крышками, переносят в эксикатор и охлаждают до комнатной температуры вблизи весов.

Тигли с нелетучим остатком взвешивают.

Выход летучих веществ из аналитической пробы угля ( $V^a$ ), выраженный в процентах, вычисляют по формуле:

$$V^a = 100 \cdot (m_2 - m_3) / (m_2 - m_1) - W^a,$$

где  $m_1$  – масса пустого тигля с крышкой, г;

$m_2$  – масса тигля с крышкой и навеской пробы до испытания, г;

$m_3$  – масса тигля с крышкой и нелетучим остатком после испытания, г;

$W^a$  – массовая доля влаги в аналитической пробе, %.

Выход нелетучего остатка из аналитической пробы угля ( $NV^a$ ) вычисляют по формуле:

$$(NV^a) = 100 \cdot (m_3 - m_1) / (m_2 - m_1), \%$$

Результат анализа, представляющий собой среднеарифметическое значение результатов двух параллельных определений, рассчитывают до второго и округляют до первого десятичного знака.

#### 4.2. Оценка спекаемости углей

Нелетучие остатки, полученные после определения выхода летучих веществ, используют для качественной оценки спекаемости углей. В зависимости от внешнего вида и прочности нелетучие остатки характеризуют следующим образом:

- *порошкообразный*;
- *слипшийся* – при легком нажиме пальцем рассыпается в порошок;
- *слабоспекающийся* – при легком нажиме пальцем раскалывается на отдельные кусочки;
- *спекающийся, не сплавленный* – для раскалывания на отдельные кусочки необходимо приложить усилие;
- *сплавленный, не вспученный* – плоская лепешка с серебристым металлическим блеском поверхности;
- *сплавленный, вспученный* – вспученный нелетучий остаток с серебристым металлическим блеском поверхности высотой менее 15 мм;
- *сплавленный, сильно вспученный* – вспученный нелетучий остаток с серебристым металлическим блеском поверхности высотой более 15 мм.

Полученные результаты заносят в таблицу 1.

Таблица 1 – Результаты определения выхода летучих веществ

Выход летучих веществ ( $V^a$ ), %	Выход нелетучего остатка ( $NV$ ) <sup>a</sup> , %	Характеристика нелетучего остатка

### **5. Содержание отчета:**

- состав летучих веществ в ТГИ;
- методика определения выхода летучих веществ в группе каменных углей;
- оценка спекаемости углей;
- результаты исследований.

### ***Контрольные вопросы***

1. Что входит в состав летучих веществ ТГИ?
2. Что означает термин «нелетучий остаток»?
3. Опишите методику определения выхода летучих веществ в группе каменных углей.
4. Перечислите характеристики нелетучего остатка, получаемого после определения выхода летучих веществ.

*Литература:* [1] с. 137 – 143; [2] с. 67 – 74.

## ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 5

### МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ СПЕКАЕМОСТИ УГЛЕЙ

#### **1. Общие положения**

Для оценки возможности использования углей для коксования важными показателями являются их спекаемость, спекающая способность, коксуемость. В соответствии с ГОСТ 17070-2014 «Угли. Термины и определения» **спекаемость** угля – это свойство угля переходить при нагревании без доступа воздуха в пластическое состояние с образованием связанного нелетучего остатка.

Способностью спекаться обладает определенная группа каменных углей. Бурые угли и антрациты при нагревании без доступа воздуха не переходят в пластическое состояние и не спекаются.

Спекание углей представляет собой сложный комплекс химических, физико-химических и физических процессов, в котором условно можно выделить две группы явлений:

- переход в пластическое состояние, структурирование и отверждение пластической массы углей;
- собственно спекание, т. е. физическое и химическое сращивание остаточного материала угольных зерен.

Переход угля в пластическое состояние происходит в результате пиролиза, т.е. превращения под действием высокой температуры. При этом протекают первичные реакции термической деструкции, химические связи в молекулах угольных веществ разрываются и образуются активные промежуточные продукты – радикалы. Эти продукты взаимодействуют между собой – протекают вторичные реакции синтеза. Первичные и вторичные реакции составляют единый процесс, который называют необратимой радикальной поликонденсацией. Благодаря этому процессу угли спекаются.

Спекающиеся каменные угли переходят в пластическое состояние при температуре выше  $300^{\circ}\text{C}$ . При этом непрерывно образуются парогазовые, жидкие и твёрдые продукты. Часть парогазовых продуктов постоянно удаляется из зоны реакции. Жидкие продукты вместе с твёрдыми остаточными продуктами и не удалившейся частью парогазовых продуктов образуют пластическую угольную массу. При образовании пластической массы угольные зёрна становятся пластичными или вязкотекучими. В результате их течения увеличивается поверхность контакта между зёрнами и усиливается плотность контакта. Это приводит к более активному физико-химическому взаимодействию промежуточных продуктов пиролиза по поверхности контакта угольных зёрен и обеспечивает их спекание.

При повышении температуры в процессе пиролиза угля количество и состав образующихся продуктов изменяются, поэтому меняются свойства пластической массы. При температуре  $500-550^{\circ}\text{C}$  пластическая масса затвердевает и образуется спекшийся твёрдый остаток – полукокс. Это завершает спекание.

Существенное влияние на спекаемость углей оказывают три технологических фактора: скорость нагревания, крупность зёрен угля и механическое или газовое давление на уголь.

При повышении скорости нагревания увеличивается текучесть пластической массы, она становится термически более устойчивой, т. е. уголь более продолжительное время находится в пластическом состоянии. Это приводит к улучшению спекаемости.

При медленном нагревании спекаемость углей уменьшается. Очень медленный нагрев, например, со скоростью в тысячные доли градуса в 1 мин, может привести к тому, что даже хорошо спекающиеся угли совсем перестают спекаться.

При увеличении крупности зёрен спекающихся углей повышается их способность переходить в пластическое состояние. Это приводит к улучшению спекаемости. Наоборот, при очень тонком измельчении спекаемость сильно снижается в результате быстрого удаления образующихся при пиролизе промежуточных продуктов. Это явление называется «самоотощением» углей.

Действие давления на уголь сходно с действием, которое оказывает изменение его крупности. При увеличении механического или газового давления увеличивается плотность контакта между угольными зёрнами, что улучшает спекаемость углей.

Спекаемость углей зависит от свойств образующейся пластической массы, в том числе от её кажущейся вязкости и текучести. Для оценки спекаемости на основе этих свойств применяют пластометрические методы.

Важная характеристика пластической угольной массы – её способность вспучиваться, т. е. увеличиваться в объёме под действием летучих продуктов, которые выделяются при пиролизе. Методы оценки спекаемости, основанные на измерении степени расширения или изменении объёма навески угля при нагревании, называются дилатометрическими.

Как пластометрические, так и дилатометрические методы можно применять для определения температурного интервала пластичности или периода нахождения угля в пластическом состоянии.

От свойств пластической угольной массы, её способности вспучиваться зависят форма и объём нелетучего остатка, получаемого в результате пиролиза. Поэтому для оценки спекаемости углей по их вспучиванию применяют также методы, основанные на характеристике внешнего вида нелетучего остатка.

Индекс свободного вспучивания – это показатель спекаемости угля, определяемый по виду нелетучего остатка, полученного при быстром нагревании измельченного угля в закрытом тигле установленных размеров, путем сравнения контура этого остатка со шкалой нумерованных контуров стандартных образцов.

## **2. Цель работы**

Изучение метода определения спекаемости углей по индексу свободного вспучивания.

## **3. Аппаратура, приспособления, материалы**

Тигель из кварцевого стекла объёмом 16-17,5 см<sup>3</sup> с крышкой.

Электронагревательная печь.

Термопары.

#### **4. Содержание работы**

Методика определения индекса свободного вспучивания углей установлена в ГОСТ 20330-91 «Уголь. Метод определения показателя вспучивания в тигле».

Навеску угля массой  $(1 \pm 0,01)$  г помещают в тигель и выравнивают поверхность легким 10-12-кратным постукиванием дна тигля о твёрдую поверхность. Затем закрывают тигель крышкой и вносят его в электропечь, предварительно нагретую до  $850^{\circ}\text{C}$ . Через 90 с температура в тигле должна стать  $(800 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ , а через 150 с –  $(820 \pm 5)^{\circ}\text{C}$ .

Если через 150 с от начала нагревания еще наблюдается горение летучих веществ над тиглем, то нагревание продолжают, пока пламя не исчезнет. После этого тигель вынимают и охлаждают. Нелетучий остаток сравнивают со шкалой стандартных профилей (рисунок 1). Номер профиля шкалы, с которым совпадает профиль нелетучего остатка, представляет собой показатель свободного вспучивания  $SI$ .

Всего в шкале имеются 17 профилей. Их номера начинаются с 1 и различаются между собой на  $1/2$ . Последний номер профиля – 9. Если при испытании получают нелетучий остаток, совпадающий с профилем номер 1, то этот остаток кладут на гладкую поверхность и помещают на него груз массой 500 г. Если при этом остаток разрушается полностью или распадается более чем на 4 части, то его номер будет  $1/2$ . Если остаток не разрушается или распадается не больше чем на 2-3 куса, то его номер будет 1. В том случае, когда образуется порошкообразный нелетучий остаток, индекс вспучивания считают равным 0.

Показатель вспучивания пробы угля ( $SI$ ) от  $1/2$  до 9 выражается индексом профиля на рис. 1, которому в большей степени соответствует вспученный коксовый королек. Если профиль нелетучего остатка, полученного при испытании угля, превышает по своим границам профиль 9 стандартной шкалы, то он обозначается номером «более 9».

Показатель свободного вспучивания определяют как среднее арифметическое результатов пяти параллельных определений. Расхождения между ними при испытаниях в одной лаборатории не должны превышать  $1/2$  ед., в разных лабораториях не должны превышать 1 ед.

#### **5. Содержание отчета:**

- описание процесса спекания углей;
- факторы, оказывающие существенное влияние на спекаемость углей;
- методика определения спекаемости углей по индексу свободного вспучивания;
- результаты исследований.

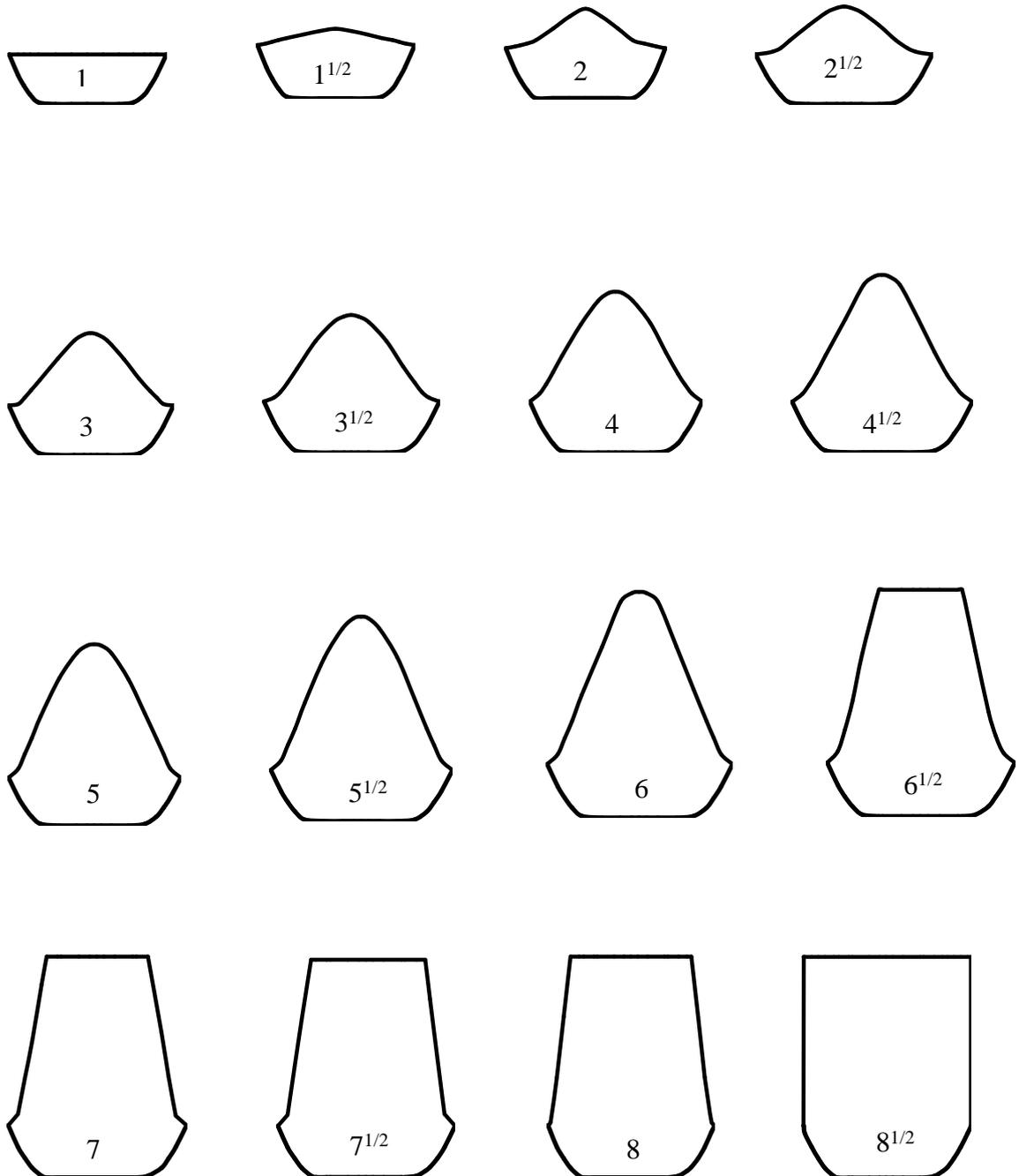


Рисунок 1. Стандартные профили с соответствующими номерам

***Контрольные вопросы***

1. Какие параметры влияют на процесс спекания углей?
2. Чем различаются пластометрические и дилатометрические методы определения спекаемости углей?

3. Опишите методику определения индекса свободного вспучивания углей.

*Литература:* [1] с. 173 – 185; [2] с. 83 – 96.

## ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 6

### МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ ПЛОТНОСТИ УГЛЕЙ

#### 1. Общие положения

Плотность угольного вещества и минеральных примесей, насыщение минеральными включениями, их дисперсность и характер сросщенности с угольным веществом обуславливают выход и качество легких фракций и характер их распределения. Эти параметры являются определяющими при выборе схем и методов обогащения и направлений рационального использования продуктов обогащения.

Плотность является одной из важнейших физических характеристик твёрдых горючих ископаемых. Различают действительную, кажущуюся и насыпную плотности.

Действительную и кажущуюся плотности используют для технологических расчётов, при вычислении запасов ТГИ в недрах, при установлении количества добытого топлива, а также для расчёта пористости. Понятие насыпной плотности введено для характеристики состояния ТГИ в насыпном слое. По этому показателю судят об уплотнении слоя ТГИ или о степени заполнения технологического оборудования (например, коксовых печей), а также транспортных средств.

Под **действительной плотностью ТГИ** ( $d_r$ ) понимают массу единицы его объёма за вычетом объёма пор и трещин.

Под **кажущейся плотностью ТГИ** понимают массу единицы его объёма, включая поры и трещины. Кажущуюся плотность обозначают символом  $d_a$ .

Поскольку все виды твёрдого топлива обладают пористой структурой, действительная плотность образца всегда оказывается больше, чем кажущаяся, а их разность, отнесенная к величине действительной плотности и выраженная в процентах, характеризует пористость ( $P_r$ ) угля:

$$P_r = 100 \cdot (d_r^d - d_a^d) / d_r^d$$

Твёрдое топливо, как сыпучая масса, характеризуется также насыпной плотностью. Согласно ГОСТ 17070-87, **«насыпная плотность** – отношение массы свеженасыпанного угля к его объёму, включая объём пор и трещин внутри зерен и кусков, а также объём пустот между ними, определяемому в установленных условиях заполнения ёмкости».

Насыпную плотность обозначают символом ***BD*** и определяют путем взвешивания единицы объема свободно насыпанного угля.

***Определение действительной плотности*** ТГИ производится пикнометрическим методом с использованием в качестве пикнометрической жидкости этилового спирта и 0,5%-ных растворов поверхностно-активных или катионо-активных веществ.

Стандартный пикнометрический метод определения действительной плотности твёрдого топлива регламентирован в ГОСТ 216-92 «Топливо твёрдое минеральное. Методы определения плотности». Данный стандарт распространяется на бурые и каменные угли, антрацит, горючие сланцы, брикеты и породные прослойки, сопровождающие пласты угля.

Сущность метода заключается в определении массы и объема аналитической пробы топлива взвешиванием на воздухе и в пикнометрической жидкости.

Для определения действительной плотности топлива применяют: пикнометр вместимостью 50 см<sup>3</sup> с притертой пробкой; термометр ртутный стеклянный с ценой деления шкалы 0,1°C и диапазоном измерения температуры от 0 до 50°C; термостат водяной вместимостью 2000-3000 см<sup>3</sup> с мешалкой; смачиватели из группы поверхностно-активных или катионо-активных веществ (ОП-7, ОП-10, ДБ и т. д.); 0,5%-ный раствор; спирт этиловый.

Для проведения исследований приготавливается аналитическая проба топлива крупностью менее 0,2 мм и определяется массовая доля влаги в ней.

*При испытании с использованием водного раствора смачивателя* из аналитической пробы в бюксе или лодочку отбирают навеску топлива массой (5±0,2) г и через воронку переносят в сухой пикнометр. В пикнометр постепенно приливают 30 см<sup>3</sup> свежеприготовленного раствора смачивателя, вращательным движением тщательно перемешивают содержимое пикнометра и открытым ставят на 60 мин в вакуумный эксикатор. Для удаления пузырьков воздуха вместо вакуумного эксикатора можно применять кипячение на водяной или песчаной бане в течение 60 мин. При этом пикнометр периодически встряхивают и следят за тем, чтобы не было выброса топлива в шейку пикнометра. Далее пикнометр вынимают, охлаждают до комнатной температуры и приливают раствор смачивателя до уровня на 1-2 мм ниже метки.

Пикнометр помещают в термостат при температуре (20±0,1)°C и выдерживают 15-20 мин. Затем пипеткой добавляют раствор смачивателя до метки, при помощи фильтровальной бумаги удаляют капли раствора с внутренних стенок шейки пикнометра, вынимают его из термостата, закрывают пробкой, тщательно вытирают и взвешивают.

Все взвешивание проводят с погрешностью не более 0,0002 г.

Действительную плотность сухого топлива  $d_r^d$ , г/см<sup>3</sup>, при испытании с водным раствором смачивателя вычисляют по формуле:

$$d_r^d = \rho_p \cdot m_1 / (m_1 + m_2 - m_3)$$

где  $\rho_p$  – плотность раствора смачивателя, условно принятая равной 1 г/см<sup>3</sup> при температуре 20°C;

$m_1$  – масса навески топлива в сухом состоянии, г, вычисленная по формуле:

$$m_1 = m_0 \cdot (100 - W^a) / 100;$$

$m_0$  – масса навески воздушно-сухой пробы топлива, г;

$W^a$  – массовая доля влаги в топливе, %.

$m_2$  – масса пикнометра с раствором смачивателя, г;

$m_3$  – масса пикнометра с навеской топлива и раствором смачивателя, г.

Результаты анализа вычисляют до третьего десятичного знака и округляют его до второго десятичного знака.

Определение кажущейся плотности проводят по ГОСТ 2160-92 «Топливо твердое минеральное. Методы определения плотности».

Сущность метода заключается в определении массы пробы топлива и измерении объёма взвешиванием на воздухе и в воде (гидростатическое взвешивание). При определении объёма пробы используют гидростатическое взвешивание кусков исходной пробы.

## **2. Цель работы**

Изучение метода определения кажущейся плотности твёрдого топлива.

## **3. Аппаратура, приспособления, материалы**

Весы лабораторные общего назначения 3-го класса точности.

Корзинка проволочная цилиндрической формы диаметром 80 мм и высотой 110 мм из металлической сетки с квадратными отверстиями размером 5x5 мм.

Сосуд цилиндрический.

Бумага фильтровальная.

## **4. Содержание работы**

Для определения кажущейся плотности используют пробу топлива крупностью 13-25 мм массой 3 кг.

Для гидростатического взвешивания (взвешивание в воде) используют весы, в которых левая чашка заменена корзинкой цилиндрической формы (диаметр 80 мм,

высота 110 мм) из сетки с отверстиями 5x5 мм. Под корзинкой устанавливают сосуд с водой. Взвешивают пустую корзинку в воздухе и в воде. После того как корзинку вынули из воды и дали воде стечь, корзинку ставят на фильтровальную бумагу, сложенную в несколько слоёв. Бумагу меняют через каждую минуту до тех пор, пока она не станет сухой. Взвешивают корзинку с оставшейся на ней водой в воздухе.

Корзинку полностью подсушивают и помещают в неё 10 кусков топлива, тщательно очищенных от пыли. Взвешивают корзинку с топливом в воздухе, затем помещают её в воду и после прекращения выделения воздушных пузырьков определяют массу топлива в воде. После того, как корзинку вынимают из воды, с ней поступают так же, как с пустой корзинкой, а затем взвешивают её в воздухе со смоченным водой топливом и оставшейся на ней водой.

Кажущуюся плотность топлива (на его рабочее состояние)  $d'_a$ , г/см<sup>3</sup>, вычисляют по формуле:

$$d'_a = \rho_x \cdot m_1 / (m_2 - m_3 - m_4),$$

где  $\rho_x$  – плотность воды при температуре испытания, г/см<sup>3</sup>;

$m_1$  – масса топлива, взвешенного в воздухе, г;

$m_2$  – масса топлива, смоченного жидкостью, вместе с массой жидкости, оставшейся на корзинке, взвешенные в воздухе, г.

$m_3$  – масса топлива, взвешенного в жидкости, г;

$m_4$  – масса жидкости, оставшейся на корзинке, г.

За результат испытания принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений.

### **5. Содержание отчета:**

- характеристика различных видов плотности;
- Описание метода определения действительной плотности;
- методика определения кажущейся плотности твёрдого топлива;
- результаты исследований.

### ***Контрольные вопросы***

1. Чем отличается кажущаяся плотность от действительной?
2. Опишите стандартный пикнометрический метод определения действительной плотности твёрдого топлива.
3. Укажите крупность пробы для определения кажущейся плотности ТГИ.

*Литература:* [1] с. 193 – 202; [2] с. 97 – 109.

## ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 6

**МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ МЕХАНИЧЕСКОЙ ПРОЧНОСТИ****1. Общие положения**

Физико-механические свойства ТГИ определяют не только условия их добычи (сопротивление резанию, допустимые размеры оставляемых в шахтах угольных целиков, устойчивость бортов карьеров), но и условия их дальнейшей переработки и использования.

От прочности ТГИ в определенной степени зависит гранулометрический состав добываемого топлива, содержание в нём мелочи, выход сортового топлива, а также затраты на пылеприготовление для выработки электрической и тепловой энергии. От механических свойств и гранулометрического состава ТГИ зависит организация процесса их обогащения, подготовки углей к коксованию, выход соответствующих классов для полукоксования и других видов их переработки.

К основным физико-механическим свойствам ТГИ относят следующие: *прочность* – способность сопротивляться разрушению от действия приложенного механического напряжения; *хрупкость* – способность разрушаться без заметного поглощения механической энергии в необратимой форме; *твёрдость* – способность оказывать сопротивление упругим или пластическим деформациям; *дробимость* – свойство, определяемое совокупностью твёрдости, вязкости и трещиноватости; *пластичность* – свойство тела сохранять произведенную деформацию после снятия напряжений; *упругость* – свойство тела восстанавливать свои первоначальные размеры и формы после снятия сил деформации.

**1.1. Определение микротвёрдости и микрохрупкости**

Физико-механические свойства ТГИ зависят от их строения, т.е. от характера связи между атомами в молекулах и плотности упаковки последних, а также от трещиноватости, пористости, влажности, содержания, характера распределения минеральных примесей и других факторов. Учитывая ярко выраженную неоднородность состава и характеристик поверхности ТГИ, важно применять такой способ оценки их механических свойств, который позволил бы испытывать минимальные, следовательно, однородные по свойствам участки образцов ТГИ.

Таким способом является метод определения микротвёрдости и микрохрупкости, регламентированный ГОСТ 21206-75. Настоящий стандарт распространяется на каменные угли и антрацит и устанавливает методы

определения микротвёрдости и микрохрупкости витринита каменных углей и антрацита в аншлиф-брикетах и аншлиф-штуфах.

Сущность методов заключается в измерении диагонали квадратного отпечатка, оставшегося на поверхности испытуемого образца после вдавливания алмазного наконечника правильной четырехгранной пирамиды под постоянной нагрузкой, приложенной в течение определенного времени.

Метод определения микротвёрдости и микрохрупкости углей и антрацита предназначен для сравнительной оценки их физико-механических свойств (механической прочности, размолоспособности, дробимости и т.д.) по малому количеству среднепластовой пробы.

## ***1.2. Определение механической прочности испытаниями во вращающемся барабане***

Механическая прочность определяет степень сопротивления ТГИ дроблению их различными методами. По ГОСТ 15490-70 «Угли бурые, каменные, антрацит и термоантрацит. Методы определения механической прочности» топливо обрабатывают во вращающемся барабане закрытого типа и определяют выход класса размером более нижнего предела крупности испытуемой пробы.

### ***1.2.1. Метод испытания в большом барабане***

Для испытания крупных классов используется большой стальной барабан закрытого типа диаметром 1000 мм, длиной 590 мм и толщиной стенок 5 мм. На внутренней поверхности цилиндра приварены три полосы из стали толщиной 5 мм, с высотой ребра 250 мм, расположенные на равных расстояниях друг от друга. Частота вращения барабана – 25 об/мин.

После сокращения исходной пробы от неё отбирается три навески по  $25 \pm 0,5$  кг. Навеску топлива загружают в барабан так, чтобы куски опускались по внутренней поверхности барабана, и плотно закрывают крышку люка. После 100 полных оборотов барабан автоматически останавливается. Пробу выгружают, тщательно собирая всю мелочь.

После испытаний в барабане производится рассев топлива на механическом грохоте или вручную.

Показатель механической прочности ( $\Pi$ ) в процентах вычисляют по формуле:

$$\Pi = m_1 \cdot 100 / m, \quad (1)$$

где  $m$  – масса навески, кг;

$m_1$  – масса надрешетного продукта после испытания в барабане, кг.

### ***1.2.2. Метод испытания в малом барабане***

Для испытания класса 25-50 мм служит малый сдвоенный барабан. Диаметр и длина каждого цилиндра равны 180 мм. Внутри каждого цилиндра имеются три полосы шириной 30 мм. Частота вращения – 50 об/мин.

Исходную пробу сокращают до остатка массой не менее 10 кг. В каждый из цилиндров загружают по 1 кг испытуемого угля. После 20 мин вращения барабана пробы отдельно рассеиваются на сите с отверстиями 25x25 мм. Сито встряхивают в горизонтальном направлении в ту и другую сторону по 5 раз. Оставшееся на сите топливо тщательно собирают и взвешивают с точностью до 0,01 кг.

Таким же образом испытывают другие две навески.

Рассчитывается показатель прочности по формуле 1.

Показателем механической прочности является среднее арифметическое результатов четырех испытаний.

### ***1.2.3. Испытание методом толчения***

Определение механической прочности ТГИ осуществляется также *методом толчения* по ГОСТ 21153.1-75 «Породы горные. Метод определения коэффициента крепости по Протоdjяконову».

Сущность метода заключается в определении коэффициента крепости, который пропорционален отношению работы, затраченной на дробление горной породы, к вновь образованной при дроблении поверхности, оцениваемой суммарным объёмом частиц размером менее 0,5 мм.

Для величины, приблизительно характеризующей относительную сопротивляемость горной породы разрушению, М. М. Протоdjяконовым предложена шкала крепости, по которой горные породы делятся на десять категорий с коэффициентом крепости  $f$  от 20 до 0,3. Угли и антрацит в основном относятся к категориям VI; VI,a; VII:  $f$  от 6 до 1.

## **2. Цель работы**

Изучение метода определения механической прочности методом толчения.

## **3. Аппаратура, приспособления, материалы**

прибор определения крепости ПОК.

сито с сеткой N 05.

#### 4. Содержание работы

Подготовленную пробу угля крупностью 20-40 мм (до 2 кг) делят на четыре части, каждую из которых испытывают. Для этого от каждой части отбирается по пять порций массой от 40 до 60 г. Каждая порция дробится отдельно в приборе определения крепости (ПОК), состоящий из стального стакана, вставленного в него трубчатого копра, внутри которого свободно помещается гиря массой  $2,4 \pm 0,01$  кг (рис.1).

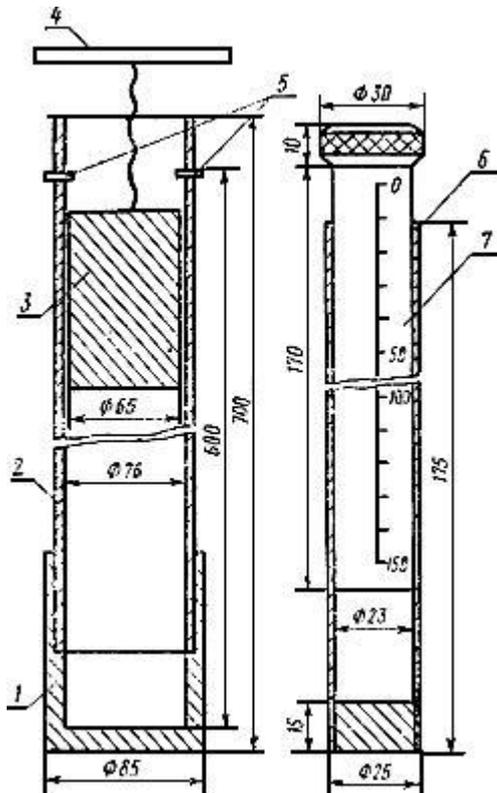


Рисунок 1. Прибор определения крепости:  
1 – стакан; 2 – трубчатый копёр; 3 – гиря;  
4 – ручка; 5 – штифты, ограничивающие  
подъём гири; 6 – объёммер; 7 – плунжер  
со шкалой измерения

Каждую навеску отдельно дробят в стакане гирей, падающей с высоты 60 см. Число сбрасывания гири на каждую навеску устанавливают при дроблении первых пяти навесок. Число сбрасываний гири принимают в зависимости от ожидаемой крепости породы, обычно от 3 до 15 сбрасываний на каждую навеску. Для углей – обычно 3 сбрасывания.

Правильность выбранного режима испытания контролируют после просеивания первых пяти раздробленных навесок на сите с отверстиями 0,5 мм до прекращения выделения подрешетного продукта и замера его объёма в объёммере с наружным диаметром 25 мм. При получении столбика мелочи высотой 20-100 мм по шкале плунжера число сбрасываний на каждую навеску сохраняют для оставшихся пятнадцати навесок. При меньшей или большей высоте столбика мелочи в объёммере число сбрасываний корректируют соответственно в большую или меньшую сторону.

Оставшиеся пятнадцать навесок дробят в приборе последовательно в установленном режиме испытания: при постоянном числе сбрасываний гири и высоте подъёма гири 60 см.

После дробления каждой пяти навесок их просеивают на сите, подрешетный продукт сита ссыпают в объёммер, измеряют плунжером высоту столбика мелочи и записывают её.

Коэффициент крепости горной породы ( $f$ ) вычисляют по формуле:

$$f = n \cdot 20 / h,$$

где  $20$  – эмпирический числовой коэффициент, обеспечивающий получение общепринятых значений коэффициента крепости и учитывающий затраченную на дробление работу;

$n$  – число сбрасываний гири при испытании одной навески;

$h$  – высота столбика мелкой фракции в объёмомере после испытания пяти навесок, мм.

За окончательный результат испытания принимают среднее арифметическое результатов четырех определений.

### **5. Содержание отчета:**

- характеристика основных физико-механических свойств ТГИ;
- описание метода определения микротвёрдости и микрохрупкости;
- методика определения механической прочности методом толчения;
- результаты исследований.

### ***Контрольные вопросы***

1. Охарактеризуйте основные физико-механические свойства ТГИ.
2. В чём заключается сущность методов определения микротвёрдости и микрохрупкости ТГИ?
3. Какими методами определяется механическая прочность ТГИ?

*Литература:* [1] с. 211 – 218; [2] с. 110 – 118.

## **ПРАКТИЧЕСКАЯ РАБОТА № 7**

### **МЕТОДЫ ОПРЕДЕЛЕНИЯ РАЗМОЛОСПОСОБНОСТИ ТГИ**

#### **1. Общие положения**

На теплоэлектростанциях твёрдое топливо большей частью сжигается в пылевидном состоянии. Приготовление пыли состоит из нескольких стадий, но наиболее сложной и энергоёмкой стадией является размол топлива.

Для проектирования и эксплуатации размольного оборудования необходимо знать прочностные характеристики топлива, среди которых основной является размолоспособность, отражающая сопротивляемость топлива размолу в процессе пылеприготовления.

Величину сопротивляемости топлива размолу обычно выражают в условных единицах и характеризуют коэффициентом размолоспособности, который определяют путем сравнения результатов испытания данного топлива с результатами испытаний эталонного топлива.

Методы определения коэффициента размолоспособности основаны на законе измельчения хрупких материалов, согласно которому работа (расход энергии), затраченная на измельчение, пропорциональна вновь обнаженной поверхности. Следовательно, величина коэффициента размолоспособности показывает, во сколько раз при одинаковой затрате энергии на размол воздушно-сухого топлива вновь обнаженная удельная поверхность испытуемого топлива больше или меньше обнаженной удельной поверхности эталонного топлива в тех же условиях размола.

В настоящее время используется два стандартизированных метода определения коэффициента размолоспособности: ГОСТ 15489.1-93 «Угли бурые, каменные, антрацит и горючие сланцы. Метод определения коэффициента размолоспособности по ВТИ» и ГОСТ 15489.2-93 «Угли каменные. Метод определения коэффициента размолоспособности по Хардгроу». Последний представляет собой полный аутентичный текст международного стандарта ИСО 5074-80 "Уголь каменный. Определение коэффициента размолоспособности по Хардгроу".

Сущность методов определения коэффициента размолоспособности состоит в следующем: в лабораторных стандартных приборах ВТИ или Хардгроу, которые представляют собой протарированные шаровые мельницы, при определенных условиях размалывают воздушно-сухую пробу топлива заданного гранулометрического состава, проводят ситовой анализ продукта размола и определяют коэффициент размолоспособности по тарировочному графику, построенному с помощью эталонного топлива.

При определении коэффициента размолоспособности по ВТИ ( $K_{ло}$ ) в качестве эталонного принимается топливо, для которого после измельчения в стандартных условиях остаток на сите с отверстиями размером 90 мкм (т. е.  $R_{90}^{эТ}$ ) равняется 69,2% (к такому топливу можно отнести, например, донецкий антрацит). Если при тех же условиях и затрате такой же энергии измельчить испытуемый уголь и определить отношение удельной поверхности испытуемого угля к удельной поверхности эталонного, получим коэффициент размолоспособности.

Удельная поверхность пропорциональна величине  $(In 100 / R_{90})^{2/3}$ , поэтому

$$K_{ло} = (In 100 / R_{90})^{2/3} / (In 100 / R_{90}^{эТ})^{2/3}, \quad (1)$$

где  $R_{90}$  – полный остаток испытуемого топлива на сите 90 мкм, выраженный в % от массы навески.

Учитывая, что  $R_{90}^{\text{ЭТ}} = 69,2\%$ , получим

$$K_{\text{ло}} = 1,96 \cdot (\ln 100 / R_{90})^{2/3}.$$

Установка ВТИ для размола проб топлива состоит из барабана объёмом  $0,0015 \text{ м}^3$ , выполненного из стали марки СТ 40, электродвигателя мощностью 0,5 кВт, червячного редуктора, реле времени с периодом действия  $(6 \pm 0,04)$  мин, шаров диаметром  $(25 \pm 1)$  мм и массой  $(4 \pm 0,035)$  кг (рис.1).

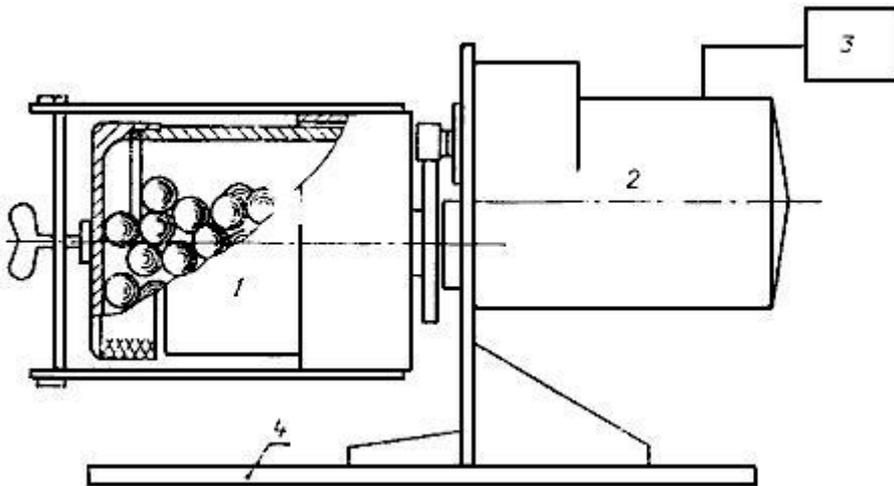


Рисунок 1. Установка для размола проб топлива:

1 – барабан; 2 – мотор-редуктор; 3 – реле времени; 4 - подставка

## 2. Цель работы

Изучение метода определения коэффициента размолоспособности по ВТИ.

## 3. Аппаратура, приспособления, материалы

Установка для размола проб топлива.

Шкаф сушильный с терморегулятором, обеспечивающим поддержание температуры  $(50 \pm 5) \text{ }^\circ\text{C}$ .

Сита диаметром 200 мм с сетками N 3; 2; 1,25; 0,200; 0,140; 0,125; 0,090; 0,071.

Весы лабораторные с наибольшим пределом взвешивания 500 г и погрешностью взвешивания  $\pm 20$  мг.

Дробилка щековая.

Дробилка лабораторная валковая.

Противень для подсушки топлива.

#### 4. Содержание работы

Подготовка проб к испытаниям проводится следующим образом.

Исходную пробу угля крупностью менее 25 мм дробят в щековой дробилке до получения максимальных размеров кусков 10 мм, затем уголь измельчают в валковой дробилке в две стадии с расстоянием между валками сначала 6 мм, затем 3,5 мм. Измельченный уголь просеивают на сите с размером ячеек 3,2 мм с возвратом частиц крупнее 3,2 мм на доизмельчение до полного прохода всего угля через сито. Подрешетный продукт просеивают на сите с размером ячеек 1,25 мм для получения фракции размером от 1,25 до 3,2 мм.

Пробу с размером кусков 1,25-3,2 мм сокращают квартованием до массы 400 г и подсушивают в сушильном шкафу при температуре  $(50 \pm 5)^\circ\text{C}$ , перемешивая во время подсушки не менее четырех раз.

Доведенное до воздушно-сухого состояния топливо вновь просеивают через сито с размером ячеек 1,25 мм. Из надрешетного продукта методом квартования готовят две пробы массой по 50 г каждая для основного и контрольного определения коэффициента размолоспособности ( $K_{л.о}$ ).

Загружают в барабан шары, а затем уголь. Закрывают барабан крышкой, устанавливают и закрепляют его в рабочем положении, включают электропривод мельницы и размалывают пробу в течение  $(6 \pm 0,04)$  мин с частотой вращения  $1,5 \text{ мин}^{-1}$ , что соответствует  $(540 \pm 4)$  оборотам барабана.

После окончания размола барабан открывают, измельченную пробу и шары высыпают в сборный бункер. Внутреннюю поверхность барабана и крышки, а также шары и сетчатое дно сборного бункера осторожно (во избежание пыления и потерь топлива) очищают мягкой щеткой. Весь материал собирают на поддоне.

Взвешивают измельченное топливо. Если потери при измельчении топлива и сборе пыли составят более 1 г, необходимо повторить испытание, используя топливо, оставленное для повторных испытаний.

Рассеивают измельченное топливо на ситах 0,200; 0,140; 0,125; 0,090; 0,071 мм в течение 15 мин. Надрешетные продукты, оставшиеся на каждом сите, взвешивают с погрешностью  $\pm 10$  мг. Остаток пыли на каждом сите  $F_n$  в процентах при массе навески 50 г вычисляют по формуле:

$$F_n = 2 \cdot m_n$$

где  $m_n$  – масса надрешетного продукта на сите, г.

Потери при рассеве продукта размола не должны превышать 2% массы навески, в противном случае испытание повторяют, используя топливо, оставленное для повторных испытаний.

Эти данные служат для проверки результатов отсева путём нанесения соответствующих точек на логарифмическую сетку в координатах размер ячеек сит и остаток на сите. При правильном проведении отсева точки, характеризующие полные остатки пыли на ситах, располагаются на одной прямой. Отклонение от прямой линии свидетельствует о дефекте сита или некачественном отсева.

По этим данным также определяется суммарный выход материала на сите 90 мкм по формуле:

$$R_{90} = F_{200} + F_{140} + F_{125} + F_{90},$$

где  $F_{200}$ ,  $F_{140}$ ,  $F_{125}$ ,  $F_{90}$  – соответственно, остатки пыли на ситах 0,200; 0,140; 0,125 и 0,090 мм, %.

С учетом полученного значения  $R_{90}$  вычисляют коэффициент размоловоспособности по ВТИ ( $K_{лo}$ ) по формуле 1.

### **5. Содержание отчета:**

- методы определения коэффициента размоловоспособности;
- расчёт коэффициента размоловоспособности по ВТИ;
- методика определения коэффициента размоловоспособности по ВТИ.

### ***Контрольные вопросы***

1. На чём основаны методы определения коэффициента размоловоспособности топлива?
2. Какие стандартизированные методы определения коэффициента размоловоспособности Вам известны?
3. Опишите методику определения коэффициента размоловоспособности по ВТИ.

*Литература:* [1] с. 219 – 224; [2] с. 119 – 124.

### Список литературы к практическим работам

1. Классификация твёрдых горючих ископаемых и методы их исследований: [монография] / В.Г. Самойлик. – Харьков: Водный спектр Джи-Ем-Пи, 2016. – 308 с.
2. Физико-химические свойства горючих ископаемых и методы их исследования: конспект лекций / сост. В.Г. Самойлик. – Донецк: ДонНТУ, 2016. - 149 с.

## СОДЕРЖАНИЕ

	Введение .....	3
1.	Подготовка проб для анализа ТГИ.....	5
2.	Методы определения общей влаги.....	9
3.	Методы определения зольности твёрдого топлива.....	12
4.	Методы определения выхода летучих веществ.....	17
5.	Методы определения спекаемости углей.....	20
6.	Методы определения плотности углей.....	25
7.	Методы определения механической прочности.....	29
8.	Методы определения размолоспособности ТГИ.....	33
	Список литературы к практическим работам .....	38

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ  
к выполнению практических работ по дисциплине  
«Физико-химические свойства горючих ископаемых и методы их  
исследования»  
(для студентов специальности 21.05.04 "Горное дело"  
специализации "Обогащение полезных ископаемых")

Составитель Самойлик Виталий Григорьевич