

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 707—1997

煤自燃倾向性色谱吸氧鉴定法

Method for identifying tendency of coal to spontaneous combustion by
oxygen adsorption with chromatograph

1997-12-30 批准

1998-07-01 实施

中华人民共和国煤炭工业部 批准

目 次

1 范围 1

2 引用标准 1

3 定义 1

4 仪器和辅助设备 1

5 测定前的准备工作 1

6 吸氧量的测定与计算 2

7 煤自燃倾向性等级分类 3

8 允许误差 3

附录 A(标准的附录) 煤层自燃倾向性鉴定采样方法 4

附录 B(标准的附录) 煤层自燃倾向性鉴定煤样制备的补充规定 5

附录 C(标准的附录) 专用标准样品管结构示意图 5

前 言

在我国煤自燃倾向性等级划分长期以来一直沿用着火温度法,但这种方法不但操作繁琐,而且与实际情况往往有较大的差异,并且没有相应的标准。“七五”期间,我国开始从事煤自燃倾向性色谱吸氧鉴定法方面的研究,并使这一方法在我国得到了普遍的应用。但在较长的一段时间内,存在着这两种测试方法同时使用的现象,致使这一重要的指标的管理和应用处在比较混乱的状态,给煤矿安全管理带来了很大的不便。为此,《煤矿安全规程》执行说明(1992年版)规定煤自燃倾向性鉴定均采用色谱吸氧鉴定法。

煤自燃倾向性分类指标,最初是在三百多个煤样的试验基础上,联系这些煤层在矿井生产中的实际自燃发火情况,经过大量的数据分析和处理过程后确定的,后来经过多年的应用实践,并搜集现场实际应用资料,使这一指标的数据量达到了一千多个,经过分析,发现最初方案所定的Ⅰ类分类指标偏高,致使这一指标所确定的Ⅰ类容易自燃煤层数目少于现场实际生产中自然发火比较严重的煤层的数目。后经过广泛地征求现场使用单位的意见,并经过大量的数据处理,将Ⅰ类容易自燃煤层的吸氧量指标的下限值降至0.71。

本标准附录A、附录B、附录C均为标准的附录。

本标准由煤炭工业部科技教育司提出。

本标准由煤炭部煤矿安全标准化技术委员会技术归口。

本标准起草单位:煤炭科学研究总院抚顺分院。

本标准主要起草人:钱国胤。

本标准委托煤炭科学研究总院抚顺分院负责解释。

煤自燃倾向性色谱吸氧鉴定法

1 范围

本标准规定了煤自燃倾向性色谱吸氧鉴定方法、分类指标与分类等级。

本标准适用于鉴定褐煤、烟煤及无烟煤(含高硫煤)的自燃倾向性。

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—91 煤工业分析方法

GB/T 214—83 煤中全硫的测定方法

GB/T 217—81 煤的真比重测定方法

GB/T 474—83 煤样的制备方法

GB 482—1995 煤层煤样采取方法

GB/T 4946—85 气相色谱法术语

MT/T 708—1997 煤自燃性测定仪技术条件(待公布)

煤矿安全规程 1992-10-22 中华人民共和国能源部

3 定义

本标准采用下列定义。

3.1 煤的自燃倾向性 coal spontaneous combustion tendency

煤在常温下氧化能力的内在属性。

3.2 流动色谱吸氧法 chromatographic method of fluid oxygen adsorption

应用热导法双气路气相色谱分析检测技术,测定煤对流态氧的吸附能力,以吸氧量表征煤的氧化自燃性能的方法。

3.3 煤的吸氧量 quantity of oxygen adsorption of coal

煤在常温、常压下,每克干煤吸附流态氧的量(是判断煤层自燃倾向性的主要指标)。

4 仪器和辅助设备

4.1 仪器设备

煤自燃性测定仪。

4.2 辅助设备及其他材料

a)分析天平:精度 0.0001 g;

b)煤样粉碎机;

c)标准分析筛;

d)专用标准样品管(结构见附录 C);

e)钢瓶氮气和氧气:纯度要求均为 99.99%以上。

5 测定前的准备工作

5.1 煤样的采取

按 GB 482 规定采取煤层煤样,同时应符合附录 A 的要求。

5.2 煤样的制备

按 GB/T 474 有关规定,同时应符合附录 B 的要求。

5.3 煤样的管理

送鉴原煤样和制备的分析煤样均应封存保管,待鉴定报告发出半年后方可作丢弃或其他处理。

5.4 进行下列参数测定

a)煤的工业分析按 GB/T 212 分析。

b)煤中全硫测定按 GB/T 214 测定。

c)煤的真比重测定按 GB/T 217 标准进行。

5.5 仪器常数的测定

在与吸氧量测定的条件一致的情况下(见后 6 条),用样品管以旁侧气路扣除死体积的方法测定仪器常数。

仪器常数 K 按式(1)计算:

$$K = \frac{aV_s}{S_o \cdot R_c} \times \frac{273P_o}{1.0133 \times 10^5 T} \quad (1)$$

式中:

K ——仪器常数, min/mV·s;

a ——氧的分压与大气压之比;

V_s ——样品管的体积, cm³;

S_o ——与样品管体积 V_s 相对应的峰面积, mV·s;

R_c ——载气流速, cm³/min;

P_o ——实验条件下的大气压, Pa;

T ——实验条件下的柱箱温度, °K。

5.6 煤样的预处理

制备好的煤样称取 1.0000 g 装入标准样品管中,通以氮气(流量 30 cm³/min),在柱箱温度为 105 °C 的条件下处理 1.5 h。

6 吸氧量的测定与计算

本方法采用仪器常数法测定煤的吸氧量。

将处理好的煤样,在柱箱温度为 30 °C,热导温度为 80~100 °C,载气氮流量为 30±0.5 cm³/min,吸附气氧流量为 20±0.5 cm³/min 的条件下,吸附氧气 20 min 后,测定脱附峰面积 S_1 ;

将煤样倒出,在相同的条件下,同一样品管空管吸附氧气 5 min,测定脱附峰面积 S_2 ;

将 S_1 、 S_2 及其他测试条件实测参数代入式(2)计算吸氧量值。

$$V_d = K \cdot R_{C1} \left(S_1 - \left(\frac{\alpha_1 R_{C1}}{\alpha_2 R_{C2}} \times S_2 \left(1 - \frac{G}{d_{TRD} \cdot V_s} \right) \right) \right) \times \frac{1}{(1 - W_Q) \cdot G} \quad (2)$$

式中:

V_d ——煤的吸氧量, cm³/g 干燥;

K ——仪器常数, min/mV·s;

R_{C1} ——实管载气流量, cm³/min;

R_{C2} ——空管载气流量, cm³/min;

α_1 ——实管时氧的分压与大气压之比;

α_2 ——空管时氧的分压与大气压之比;

S_1 ——实管脱附峰面积, $\text{mV} \cdot \text{s}$;
 S_2 ——空管脱附峰面积, $\text{mV} \cdot \text{s}$;
 G ——煤样重量, g ;
 d_{TRD} ——煤的真比重;
 V_s ——样品管体积(标准态), cm^3 ;
 W_Q ——煤样全水分, %。

7 煤自燃倾向性等级分类

以每克干煤在常温(30℃)、常压($1.0133 \times 10^4 \text{ Pa}$)下的吸氧量作为分类的主指标,煤的自燃倾向性等级按表1、表2分类。

表1 褐煤、烟煤类自燃倾向性分类表

自燃倾向性等级	自燃倾向性	煤的吸氧量, $\text{cm}^3/\text{g} \cdot \text{干煤}$
I	容易自燃	≥ 0.71
II	自燃	$0.41 \sim 0.70$
III	不易自燃	≤ 0.40

表2 高硫煤、无烟煤¹⁾自燃倾向性分类表

自燃倾向性等级	自燃倾向性	煤的吸氧量, $\text{cm}^3/\text{g} \cdot \text{干煤}$	全 硫
I	容易自燃	≥ 1.00	> 2.00
II	自燃	≤ 1.00	≥ 2.00
III	不易自燃	≥ 0.80	< 2.00
1) 含可燃挥发分 $\leq 18.0\%$ 。			

8 允许误差

煤吸氧量测定结果的允许平行误差不得超过表3的规定:

表3 煤吸氧量测定的平行实验误差

同一实验室	不同实验室
0.05	0.10

附 录 A

(标准的附录)

煤层自燃倾向性鉴定采样方法

A1 总则

本采样方法适用于色谱吸氧鉴定法煤样的采取。

采样时应遵循如下规定：

A2 设计矿井前,或延深水平,或开采新区之前,即对所有开采煤层和分层的采煤工作面或掘进工作面采取有代表性的原始煤样。

A3 采样地点符合下述情况之一时应分别加采煤样,并描述采样地点的具体情况：

A3.1 地质构造复杂、破坏严重(如有褶曲、断层等造成破坏带及岩浆侵入等情况)的地带；

A3.2 煤岩成分在煤层中分布状态明显,如镜煤和亮煤集中存在,并含有丝炭的地点；

A3.3 煤层中富含黄铁矿的地点。

A4 采取研石堆样品或在露天矿采样时,应按有关规定布置采样点,采取有代表性的煤样,开采台阶较高时要在有代表性的区段上采样。

A5 采样时,先把煤层表面受氧化的部分剥去,再将采样点前面的底板清理干净,铺上帆布或塑料布,然后沿工作面垂直方向划两条线,两线之间宽度为 100~150 mm,在两线之间采下厚度为 50 mm 的煤作为初采煤样。

A6 把采下的初采煤样打碎到 20~30 mm 大的粒度,混合均匀,依次按锥堆四分法,缩分到 1 kg 左右,作为原煤样装入铁筒(或较厚的塑料袋)中,封严后送试验室或寄运。

A7 新采煤层或分层首次采样进行自燃倾向性鉴定时,必需在同一煤层或分层的不同地点采取 2~3 个煤样进行鉴定。

A8 地质勘探钻孔取煤芯样时：

A8.1 从钻孔中取出煤芯,立即将夹石、泥皮和煤芯研磨烧焦部分等清除,必要时将煤芯用水清洗,但不要泡在水中。

A8.2 将清理好的煤芯立即装入铁筒(或厚塑料袋)中,封严送试验室或寄运。

A8.3 所取煤芯同样应具有代表性,并注明煤层、厚度和倾角等条件。

A9 每个煤样必需备有两张标签,分别放在装煤样的容器(务必用塑料袋包好,以防受潮)中和贴在容器外,标签按要求填写,字迹要清楚。

A10 标签：

a)煤样编号(送样单位样品号)；

b)局、矿名称；

c)煤层名称；

d)煤种(按国家分类标准)；

e)煤层厚度；

f)煤层倾角；

g)采煤方法；

h)自燃发火期(经验发火期)；

i)采样地点；

j)采样日期、采样人。

附录 B

(标准的附录)

供层自燃倾向性鉴定煤样制备的补充规定

B1 收到煤样后,进行送样标签核对、试验室编号登记。

B2 送检煤样水分大时,应在室温下干燥后将全部煤样打至 10 mm 以下进行缩分,取 100~150 g 作为分析用煤样,装入 250 mm 广口瓶中,贴好标签,其余煤样按原包装密封后封存。

B3 务必使 100~150 g 分析用煤样全部粉碎至 0.15 mm 以下,并要求 0.10~0.15 mm 应占 70% 以上。

B4 粉碎后的煤样(在广口瓶内密封保存)在 30 天内完成各项测定,发出鉴定报告。

B5 送检煤样及分析煤样在分析报告发出后保存 6 个月。

附录 C

(标准的附录)

专用标准样品管结构示意图



