

Study on deviation of coal ash detection method

Xueling Luo

Qinhuangdao Coal Quality Supervision and Inspection Center, Qinhuangdao, Hebei, 066000, China

Abstract

Combined with the advantages of slow-ash and fast-ash standard methods, the new standard method of coal-ash determination was researched based on deviation experiment from the experimental equipment, coal sample quality and test time. The best experimental conditions were obtained from the measured data by selecting the standard sample known ash content. The coal sample mass was (0.5 ± 0.01) g. The coal sample should pass through No.1 boiler (500°C) in 30 min, and then pass through No.2 boiler (815°C) in 30 min. The z-fraction method proved that the new method met the precision requirements. There was no significant difference between the new method and slow-ash method by t-testing method. Compared with the slow-ash method, the new method could simplify the operation steps, realize the continuous detection and shorten the detection time. Because of improving the detection efficiency, the new method can be applied to the proximate analysis of coal in laboratory.

Keywords

ash; detection method; deviation; continuous detection; accuracy

煤炭灰分检测方法的偏离研究

罗雪岭

秦皇岛煤炭质量监督检验中心, 中国·河北 秦皇岛 066000

摘 要

本文采用的新方法结合慢灰和快灰两种标准方法优点, 从实验设备、煤样质量、测试时间等方面对标准方法进行偏离实验研究。通过选择已知灰分值的标准样品, 由所测数据得出最佳的实验条件, 即煤样质量 (0.5 ± 0.01) g、30min通过1号炉 (500°C)、然后再以30min通过2号炉 (815°C), 并运用Z比分数法证明该方法符合标准的精密度要求; 将新方法与慢灰法检测数据进行比对, 运用t检验法, 结果表明两种方法并无显著性差异。本研究采用的新方法可以适用于实验室煤炭检测工作, 该方法相比慢灰法, 简化了操作步骤, 实现了连续性检测, 缩短了检测时间, 提高了实验室灰分检测工作效率。

关键词

灰分; 检测方法; 偏离; 连续性检测; 准确度

1 引言

灰分在煤炭的研究与应用领域中是一个关键的指标。具体而言, 灰分是煤中可燃物质在充分燃烧之后, 并且煤中矿物质在特定的温度条件下经历了分解、化合等一系列复杂的化学反应后所残留下来的残渣。这一残渣实际上反映的是煤中矿物质的含量与特性。煤炭作为一种重要的能源资源, 其内部的矿物质成分多样且复杂, 在燃烧和特定温度的作用下, 这些矿物质会发生各种物理和化学变化, 最终以灰分的形式呈现出来。

在实际生产应用场景中, 灰分扮演着极为重要的角色, 它是评价煤质特性以及指导煤炭加工利用的主要依据之一^[1,2]。不同的工业生产过程对煤炭的质量有着不同的要求, 而灰分的含量和性质会直接影响到煤炭的发热量、燃

烧效率、结渣性等多个方面的性能。例如, 在火力发电行业, 灰分过高会降低煤炭的发热量, 增加发电成本, 同时还可能导致锅炉结渣, 影响设备的正常运行; 在炼焦行业, 灰分的存在会降低焦炭的质量, 进而影响钢铁的生产质量。

鉴于灰分在煤质评价和加工利用中的重要性, 快速、准确地检测灰分就显得尤为关键^[3,4]。只有实现了对灰分的快速检测, 企业才能及时调整生产工艺和参数, 提高生产效率和产品质量; 而准确的检测结果则能够为煤炭质量的正确评价提供可靠的依据, 从而更好地指导煤炭的加工利用, 实现资源的优化配置和高效利用。煤炭灰分测定有两种方法, 缓慢灰化法和快速灰化法^[5] (下文中称慢灰法和快灰法), 其中慢灰法作为仲裁法, 快灰法中规定了 A 和 B 两种方法。对于检测实验室而言, 使用慢灰法的优点是数据准确度高, 但是实验时间长、单次检测样品数量少。采用快灰 A 方法, 优点是实验时间较短、操作放样简单方便, 可以连续放样, 但是精确度不如慢灰高。采用快灰 B 方法, 缺点是操作不简便, 且灰分大于 15.0% 需要检查性灼烧^[6-8]。

【作者简介】罗雪岭 (1983-), 女, 中国河北石家庄人, 硕士, 工程师, 从事煤质分析研究。

2 实验方案

本实验的目的是结合慢灰和快灰 A 法的优点找到一种符合标准要求的方法，简化实验室检测工作，提高检测工作效率。

2.1 检测设备及时间选择

在标准方法所涉及的众多主要设备中，链条炉凭借其独特的优势脱颖而出，成为本实验检测设备的首选。链条炉的操作性相对简化，这意味着操作人员无需复杂的专业技能和繁琐的操作流程，就能轻松驾驭该设备进行检测工作。它可以连续性放样，这一特性极大地提高了检测工作的效率，能够在短时间内处理多个样品，避免了因放样不连续而导致的时间浪费。而且，链条炉不需要进行检查性灼烧，这不仅减少了实验步骤，降低了实验的复杂性，还能有效缩短检测周期。基于这些显著优点，本实验经过综合考量，最终选用链条炉作为检测设备，以确保实验能够高效、准确地进行。

慢灰法在煤炭灰分检测中有着重要的地位，其中涉及两个关键温度，它们对于准确测定煤炭灰分起着至关重要的作用。一个是 500℃，样品需要在该温度下保持 30 分钟。在这个温度阶段，煤中所含的矿物质，通常多为硫化物、碳酸盐、硫酸盐等，其中的硫会以气态形式充分释放出来。这一过程有助于减少硫对灰分测定结果的干扰，使最终的检测数据更加准确。另一个关键温度是 (815±10)℃，样品在此温度下需要灼烧 1 小时，这有利于煤中可燃物质充分燃烧，确保煤炭中的有机成分完全转化为灰烬。考虑到这两个温度的重要性以及各自所需的时间和条件，为了更好地模拟慢灰法的实验过程，提高检测的准确性和效率，本实验选用了两台链条炉联用的方式。将 1 号链条炉设定为 500℃，专门用于样品在低温阶段的处理；2 号链条炉设定为 (815±10)℃，用于高温阶段的灼烧。

为了确保煤中矿物质所含的硫能够充分释放，同时让煤中可燃物质能够充分燃烧，本实验对选定的两台链条炉的实验时间进行了精心安排。对于 1 号链条炉，将温度设定为 500℃，并使样品从进入到离开炉膛的时间为 30 分钟，这样可以保证在这个低温阶段，矿物质中的硫能够有足够的时间以气态形式逸出。而对于 2 号链条炉，温度设定为 (815±10)℃，实验时间分别选定了 60 分钟、50 分钟、40 分钟和 30 分钟。之所以进行这样的时间梯度设置，是为

了探究在不同时间条件下煤炭的燃烧情况。考虑到在 815℃ 的高温下，如果时间过短，煤炭可能无法充分燃烧，会导致灰分测定结果不准确。因此，在众多时间选项中，最短选择了 30 分钟，以确保煤炭在高温阶段有足够的时间进行充分燃烧，从而获得准确可靠的检测数据。2.2 样品称取质量

实验采用链条炉，为了样品充分反应，煤样称取质量依据标准中规定粒度小于 0.2 mm，质量为 (0.5±0.01) g，准确至 0.0002g，均匀摊平在灰皿中，使其每平方厘米质量不超过 0.08 g。

2.3 标准样品

本实验所选用的标准样品均为中国煤炭科学技术研究院生产。标准样品编号 GBW111 01g A_d=10.94%，参考不确定度为 0.15；标准样品编号 GBW111 04L A_d=21.94%，参考不确定度为 0.18；标准样品编号 GBW111 1m A_d=40.60%，参考不确定度为 0.28。

2.4 实验设备

链条炉型号为 CATsh 500 型快速连续灰分测定仪，准确度 ±10℃；马弗炉型号为 DC-B-2 智能箱式电阻炉，±5℃；电子分析天平型号为 AE-100，准确度为 0.0001g。

3 结果和讨论

3.1 2 号炉不同实验时间数据分析

采用新方法测得 4 组数据。具体结果如表 1 所示。观察表中数据，采用新方法所测 40 个数据均在合格范围内。采用 Z 比分数判定法，判断所选 4 个时间是否符合标准要求的精密度。计算公式为 $z = \frac{|\bar{x} - x_0|}{s}$ ，计算所得如表 1 所示，其 Z 值均小于 2，因此四个时间均符合标准要求。为了提高检测工作的效率，可以选最短时间 30 min，即确定 2 号链条炉的最佳实验条件为 (815±10)℃持续时间 30 min。

3.2 标准样品验证实验条件的精确度

选取 4 个不同灰分值的标准样品，然后分别按照 3.2 中确定的实验条件测得 4 组数据

该实验选取了 4 个有代表性的样品，其灰分值约为 10%、20%、30%、40%，可以涵盖平时检测工作量的 95%。采用新方法进行检测，所得数据均满足标准样品要求。由所得数据分别计算 Z 比分数，其 Z 值均小于 2，说明新方法满足实验室检测精密度，可以适用于实验室检测工作。

表 1. 2 号炉不同实验时间所测数据

测定值 ¹											平均值	平均偏差 S	Z
测试条件	X ₁	X ₂	X ₃	X ₄	X ₅	X ₆	X ₇	X ₈	X ₉	X ₁₀			
815℃ /60min	21.86	21.87	21.97	21.98	21.96	21.98	22.01	21.85	21.91	21.94	21.93	0.075	0.40
815℃ /50min	21.90	21.93	21.98	21.91	21.93	21.94	21.90	21.95	21.90	21.92	21.93	0.065	0.64
815℃ /40min	21.96	21.97	22.01	21.99	21.94	22.07	22.04	22.15	22.09	22.08	22.03	0.085	0.82
815℃ /30min	21.97	21.98	22.08	22.07	21.93	22.00	21.92	22.01	21.93	21.92	21.98	0.059	0.34

备注 1：测定值均已换算为干基灰分值

表 2 不同标准样品测得数据

测定值 编号	X_1	X_2	X_3	X_4	X_5	X_6	X_7	X_8	X_9	X_{10}	平均值	平均偏差	Z
1	10.95	10.85	11.00	11.03	10.94	10.97	10.99	10.95	10.95	10.98	10.96	0.045	0.44
2	21.97	21.98	22.08	22.07	21.93	22.00	21.92	22.01	21.93	21.92	21.98	0.059	0.34
3	30.30	30.23	30.26	30.31	30.19	30.24	30.24	30.18	30.20	30.25	30.24	0.080	0.79
4	40.39	40.36	40.32	40.32	40.38	40.32	40.4	40.42	40.44	40.47	40.38	0.233	0.92

备注：1：GBW111 01g $A_d=10.94\%$ ，参考不确定度为 0.15；2：GBW111 04L $A_d=21.94\%$ ，参考不确定度为 0.18；3：已知样品 $A_d=30.18\%$ ；4：GBW111 1m $A_d=40.60\%$ ，参考不确定度为 0.28。

3.3 新方法与慢灰法进行对比

随机选取了 17 个样品，分别采用新方法(x)和慢灰法(y)进行比对，所得数据如表 3 所示：

表 3 新方法与慢灰法数据比对

测定值 样品编号	x	y	$d=x-y$	平均值 $\bar{d}$	S_d^2	S_d
1	22.99	22.96	0.03			
2	23.87	23.84	0.03			
3	24.61	24.64	-0.03			
4	24.68	24.69	-0.01			
5	26.05	26.02	0.03			
6	26.18	26.14	0.04			
7	24.43	24.43	0			
8	24.27	24.25	0.02			
9	32.95	32.83	0.12	0.02294	0.01316	0.1147
10	18.43	18.47	-0.04			
11	18.38	18.35	0.03			
12	31.40	31.25	0.15			
13	27.58	27.62	-0.04			
14	25.00	25.11	-0.11			
15	25.42	25.15	0.27			
16	33.37	33.39	-0.02			
17	18.71	18.99	-0.28			

依据国标中规定的灰分重复性限（表 4）可知，采用两种方法测得的数据符合精密度要求。运用 t 检验法验证两种方法是否有显著性差异。

表 4 灰分测定的精密度

灰分质量分数 /%	重复性限 $A_{ad}\%$
<15.00	0.20
15.00~30.00	0.30
>30.00	0.50

$n=17$ ，检验水平 α 取 0.005，查表知 $t_{0.005}(16) = 2.9208$ ，故拒绝域 $|t| = \left| \frac{\bar{d}}{S_d/\sqrt{n}} \right| \geq 2.9208$ ，计算 $t=0.8246 < 2.9208$ ，故可认为两种方法并无显著性差异。因此新方法满足标准要求的精密度和准确度，可适用于实验室灰分的检测。

4 结论

（1）在煤炭灰分检测领域，新方法创新性地结合了慢

灰法和快灰法的优点，为检测工作带来了显著的改进。该方法采用两台链条炉联用的方式，通过对大量检测数据的深入分析和研究，最终得出了最佳的实验条件。具体而言，链条炉 1 号设定为 500℃，并保持 30 分钟，这一阶段有助于煤中可燃物质的初步燃烧和矿物质的部分分解；随后，样品进入链条炉 2 号，在 $(815 \pm 10^\circ\text{C})$ 的温度下再保持 30 分钟，使矿物质进一步发生分解、化合等复杂反应，直至形成稳定的残渣。这种独特的实验设计使得新方法实现了多个显著优势，不仅数据精确度高，能够更准确地反映煤炭的灰分含量，而且检测工作易于操作，降低了对操作人员专业技能的要求，同时还具备可连续性检测的特点，大大提高了检测工作的效率。

（2）使用新方法测定灰分，选定不同灰分值的标准样品，通过大量实验数据的比对，验证了数据符合标准要求的精确度，说明新方法符合标准要求。与传统的慢灰法相比，新方法具有明显的优势。首先，新方法不需要进行检查性灼烧这一繁琐的步骤，简化了实验流程。在慢灰法中，检查性灼烧是为了确保样品中的可燃物质完全燃烧和矿物质反应完全，但这一过程不仅增加了实验时间，还增加了实验的复杂性和不确定性。而新方法通过优化实验条件和设备联用，避免了这一问题。其次，在实验中采用 Z 比分数法以及 t 检验法对新方法和慢灰法的测量结果进行了对比分析。结果表明，新方法满足实际检测工作的数据精确度和准确度要求。更重要的是，新方法的检测时间至少缩短了 1 个小时，这对于需要大量进行煤炭灰分检测的企业和机构来说，能够显著提高检测工作效率，降低检测成本，具有重要的实际应用价值。

参考文献

[1] 任晓敏.煤质灰分快速检测技术应用[J].山西化工,2024,44(11):132-134.
[2] 王岩.选煤厂灰分快速检测技术发展现状及展望[J].中国煤炭,2024,50(09):120-129.
[3] 盛苗苗.提高煤质检测分析准确性的有效对策研究[J].内蒙古煤炭经济,2024,(12):70-72.
[4] 高楠.煤质灰分快速检测技术应用[J].山西化工,2024,44(03):78-80.
[5] GB/T 212-2008 煤的工业分析方法[S].
[6] 孟必钢.快速灰化法A法和B法的比较[J].煤质技术,2011(1):44-45.
[7] 洪军.快速灰化法测定煤中灰分的探讨[J].煤质技术,2010(3):28-30.
[8] 余天骄.基于机器学习的煤灰分检测方法研究[D].西安工程大学,2023.