

ICS 73.040
D 27

中华人民共和国国家标准

GB/T 4757—2001

煤粉（泥）实验室单元浮选试验方法

Methods for the batch flotation testing of fine coal

2001-11-17 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

本标准是煤粉（泥）实验室单元浮选试验方法标准，它广泛用于科研、生产、地勘、设计和教学等单位。

此次修订的要点是：根据浮选工艺技术和理论水平的不断发展和提高，对某些条款进行修改；对某些术语、物理量单位的名称及其表示方法进行修改；将 MT/T 144—1997《选煤实验室分步释放浮选试验方法》引入本标准。作为一章，以体现实验室单元浮选试验的完整性；参考 ISO 8858-1：1990《硬煤—浮选试验方法》对质量损失率进行了修改。

本标准从实施之日起，代替 GB/T 4757—1984。

本标准附录 A、附录 C 为标准的附录。附录 B 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。

本标准由煤炭科学研究总院唐山分院负责起草和解释。

本标准主要起草人：安文华、蔡昌凤、程宏志、孙华峰、石焕。

本标准 1984 年 11 月第一次发布。

煤粉（泥）实验室单元浮选试验方法

GB/T 4757—2001
代替 GB/T 4757—1984

Methods for the batch flotation testing of fine coal

1 范围

本标准规定了煤粉（泥）实验室单元浮选试验的煤样、设备和用具、试验煤样和药剂量的计算以及可比性浮选试验、浮选参数试验、分步释放浮选试验。

本标准适用于烟煤和无烟煤。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在标准中引用而构成本标准的条文。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 8899—1998 煤的显微组分和矿物测定方法（eqv ISO 7404-3: 1994（E））
MT/T 58—1993 煤粉筛分试验方法
MT/T 144—1997 选煤实验室分步释放浮选试验方法
MT/T 180—1988 选煤厂浮选工艺效果评定方法
MT/T 259—1991 煤炭可浮性评定方法
MT/T 808—1999 选煤厂生产技术检查

3 煤样

3.1 采自生产煤样

在生产煤样进行筛分试验之后，分别缩取自然级和破碎级中小于 $500\ \mu\text{m}$ 的煤粉，按比例掺和，其质量不少于 10kg 。

3.2 采自煤层煤样或煤芯煤样

从煤层煤样或煤芯煤样的筛分产品中，制取小于 $500\ \mu\text{m}$ 煤粉，质量不少于 1kg 。

3.3 采自选煤厂浮选入料

按照 MT/T 808—1999 第 3 章的规定，采取未添加任何浮选药剂的浮选入料，总质量不少于 10kg 。

3.4 分析化验与存放

3.4.1 按有关标准进行以下项目（根据需要可适当增减）的分析：

水分（ M_t ， M_{ad} ）、灰分（ A_d ）、全硫（ $S_{t,ad}$ ）、发热量（ $Q_{net,ar}$ ）。

3.4.2 按 MT/T 58 进行煤粉筛分试验。

3.4.3 按照 GB/T 8899 进行煤岩分析。

3.4.4 试验煤样干燥至空气干燥状态后，置于带盖铁皮桶内或外罩尼龙编织袋的塑料袋内存放，存放地点要保持干燥，存放时间不超过 10 个月。

4 设备和用具（品）

4.1 浮选机：容积 1.5L 。结构要求见附录 A。

4.2 用具（品）和药剂见表 1。

表1 用具(品)和药剂

序号	名称	单位	数量	规格
1	计时装置	台	1	量程：0~10min；精度：1s
2	微量注射器	只	2	容量：0.5mL；分度值：0.02mL
3	微量注射器	只	2	容量：0.25mL；分度值：0.01mL
4	微量进样器	只	2	容量：0.1mL；分度值：0.002mL
5	微量进样器	只	2	容量：0.025mL；分度值：0.0005mL
6	天平	台	1	最大称量：1000g；感量：0.1g
7	恒温箱	台	1	50~200℃
8	搪瓷盆	个	50	容量：3L
9	搪瓷盆	个	50	容量：1.5L
10	搪瓷量杯	个	2	容量：2L
11	搪瓷量杯	个	2	容量：1L
11	洗瓶	个	2	容量：1L
12	正十二烷（捕收剂）	kg	1	化学纯。密度：0.748~0.751g/cm ³ ，馏程 214~218℃（95%）
13	甲基异丁基甲醇（MIBC，起泡剂）	kg	0.1	化学纯。密度：0.807g/cm ³ ；蒸馏范围：初馏点 128℃；128~130℃ 3.9mL；130~131.9℃ 95mL；干点 131.9℃
14	仲辛醇（起泡剂）	kg	0.1	化学纯

5 试验煤样和药剂量的计算

5.1 试验煤样的质量按式 (1) 计算:

$$W = \frac{15 \times c}{100 - M_{\text{ad}}} \times 100 \quad \dots (1)$$

式中: W ——试验煤样质量, g;

c ——矿浆浓度, g/L;

M_{ad} ——试验煤样空气干燥基水分，%。

5.2 药剂量的计算

加入药剂的体积按式 (2) 计算:

$$V = \frac{W \times q}{d \times 10^4} \dots\dots\dots (2)$$

式中: V ——加入药剂的体积, mL;

q ——药剂单位消耗量, g/t;

d ——药剂密度, g/cm^3 。

6 可比性浮选试验

6.1 试验条件

6.1.1 水质：蒸馏水或离子交换水，也可使用自来水。

6.1.2 矿浆温度: $(20 \pm 10) ^\circ\text{C}$ 。

- 6.1.3 矿浆浓度：(100±1) g/L。
- 6.1.4 捕收剂及其单位消耗量：正十二烷，(1000±1) g/t 干煤。
- 6.1.5 起泡剂及其单位消耗量：甲基异丁基甲醇（MIBC），(100±1) g/t 干煤。
- 6.1.6 浮选机叶轮转速：1800r/min。
- 6.1.7 浮选机叶轮直径：60mm。
- 6.1.8 浮选机单位充气量：0.25m³/(m²·min)。
- 6.2 试验步骤
- 6.2.1 向浮选槽加水至第二标线（图 A1），开动并调试浮选机使叶轮转速、单位充气量达到规定值，停机，关闭进气阀门，放完浮选槽内的水。
- 6.2.2 向浮选槽加水至第一标线（图 A1），开动浮选机后向槽内加入称量好的煤样（准确到 0.1g），搅拌至煤样全部润湿后，再加水使煤浆液面达到第二标线。
- 6.2.3 搅拌 2min 后向煤浆液面下加入捕收剂。1min 后再向煤浆液面下加入起泡剂。
- 6.2.4 搅拌 10s 后，打开进气阀门，同时开始刮泡（人工刮泡或机械刮泡），应随着泡沫层厚度的变化全槽宽收取精矿泡沫（切勿刮出矿浆）至专门容器内，控制补水速度，使在整个刮泡期间保持矿浆液面恒定。刮泡后期应用洗瓶将浮选槽壁的颗粒冲洗至矿浆中。
- 6.2.5 刮泡至 3min 后，停止刮泡，并关闭进气阀门及搅拌电机，把尾煤放至专门容器内。沉积在浮选槽下部的颗粒要清洗至尾煤容器中。粘在刮板及浮选槽唇边、槽壁的颗粒应收至精煤产品中。向浮选槽加入清水，并开动浮选机搅拌清洗直至浮选槽干净为止。
- 6.2.6 将各产物分别脱水后置于不超过 75℃ 的恒温干燥箱中进行干燥。冷却至空气干燥状态后分别称量，测定灰分，必要时测定硫分。
- 6.2.7 试验原始记录可参考附录 B（提示的附录）的表 B1。
- 6.2.8 重复试验一次。
- 6.3 试验结果整理
- 6.3.1 将所得试验结果分别记录于附录 C（标准的附录）所示的表 C1 中，以精煤和尾煤质量之和作为 100%，分别计算其产率。
- 6.3.2 试验允许差值
- 6.3.2.1 质量损失不得超过 3%。
- 6.3.2.2 灰分允许差值
- a) 当煤样（浮选入料）灰分小于 20% 时，与计算原煤灰分的相对差值不得超过 ±5%；
- b) 当煤样（浮选入料）灰分大于或等于 20% 时，与计算原煤灰分的绝对差值不得超过 ±1%。
- 6.3.3 平行试验
- 两次平行试验的精煤产率允许误差应小于或等于 1.6%。精煤灰分允许误差：当精煤灰分小于或等于 10% 时，绝对误差小于或等于 0.4%；当精煤灰分大于 10% 时，绝对误差小于或等于 0.5%。

7 浮选参数试验

7.1 概述

7.1.1 本试验分四个阶段进行，即：浮选药剂选择试验，浮选条件试验，分次加药试验及流程试验，鉴定试验及产品分析。

7.1.2 推荐采用正交设计进行浮选参数试验。

7.1.3 本章所列各项试验除给出的条件外，其余的浮选试验条件一律同第 6 章。

7.2 浮选药剂选择试验

7.2.1 基本要求：成分稳定、无毒无害（符合环保标准）、来源丰富、价格低廉、作用效果良好，能得到合乎质量要求的精煤及尾煤产品。

7.2.2 建议采用表 2 所列浮选药剂品种、药比和药剂单位消耗量（可根据实际情况增减）进行试验。

表 2 浮选药剂品种及其用量

药剂种类	药剂品种	用量范围 g/t	备注
捕收剂	-10#轻柴油或 0#轻柴油 煤油	500~1250	轻柴油密度：0.82~0.85g/cm ³ 。 煤油密度：0.78~0.80g/cm ³
起泡剂	GF 油 LF 油 仲辛醇	50~200	密度：0.88~0.90g/cm ³ ；羟基：≥160mgKOH/g；颜色：深褐。 密度：0.84~0.86g/cm ³ ；羟基：≥180mgKOH/g；颜色：浅黄。 辛醇含量不少于 87%

7.2.3 试验原始记录可参考附录 B（提示的附录）的表 B1，试验结果参照表 B2 整理。根据试验目的，采用浮选精煤灰分、浮选精煤产率和 MT 180—1988 的浮选完善指标 η_{wf} 三项指标综合评价试验结果，优选药剂配方。

7.2.4 必要时测定泡沫精煤浓度，做为选择药剂评价条件之一。

7.2.5 对选用的药剂品种及用量进行验证试验。

7.3 浮选条件选择试验

7.3.1 本组试验在确定了药剂品种及用量的基础上进行。建议进行下列条件试验（可根据实际情况，增减试验条件及试验水平）：

矿浆浓度：50g/L、75g/L、100g/L、125g/L。

单位充气量：0.15m³/（m²·min）、0.25 m³/（m²·min）、0.35m³/（m²·min）。单位充气量与空气流量的换算关系见表 3。

叶轮转速：1600 r/min、1800r/min、2000r/min。

表 3 单位充气量与空气流量换算表（按图 A1 尺寸计算）

单位充气量/（m ³ /（m ² ·min））		0.15	0.25	0.35
空气流量	m ³ /h	0.10	0.17	0.3
	L/min	1.67	2.75	3.85

7.3.2 按 7.2.3 条选择最佳条件。进行正交试验结果分析，得出最佳浮选条件，进行验证试验后确定。

7.4 分次加药试验及流程试验

7.4.1 分次加药方法：将总药量分别按 70%：30%，或 50%：50%，或 30%：70%比例分两次加入，浮选时间可按 1min+2min，或 2min+1min，或 2min+2min 分配。

7.4.2 分次加药操作方法：在第一段浮选时间后，计时器增设第 2 次加药操作和搅拌时间 20s。刮泡至第一段浮选时间结束后，同时停止刮泡器和关闭进气阀门，向矿浆液面下第二次加入药剂，搅拌至 20s 时，同时打开进气阀门，开始刮泡至浮选完为止。

7.4.3 当一次浮选流程不能选出符合质量要求的产品时，应进行流程试验。按产品要求可进行粗选精煤的精选试验和中煤精选试验。

7.4.4 精选试验方法：将需精选的泡沫产品全部倒入浮选槽内，开动浮选机，加水至煤浆液面达第二标线，搅拌 30s 后打开进气阀门，刮泡 2min。

7.4.5 如精选不完全，可按 7.4.2 加入少量药剂，刮泡至浮选完为止。

7.4.6 进行验证试验。

7.4.7 试验原始记录可参照附录 B 的表 B1 和表 B2。

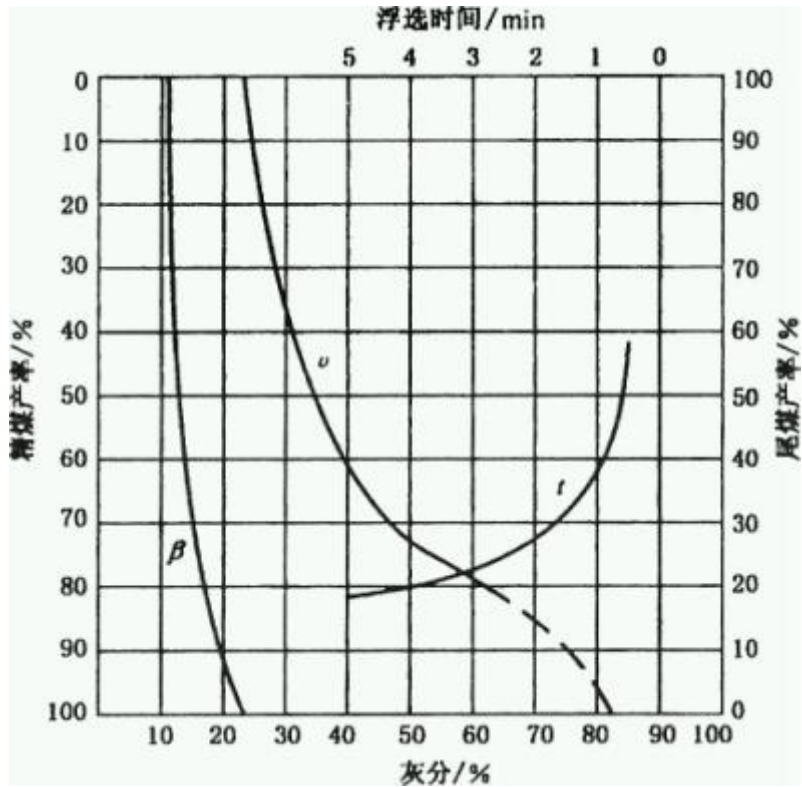
7.5 鉴定试验（浮选速度试验）

7.5.1 采用 7.2、7.3、7.4 确定的最佳条件进行鉴定试验，按浮选时间 0.25min、0.25min、0.5min、1min、1min、2min 分别收取产物 1~产物 6。尾煤为产物 7。试验记录参照附录 B 的表 B3。鉴定试验结果记入附录 C 中的表 C2。

7.5.2 重复最佳条件试验，分选出最终产品分析所需试样。

7.5.3 对最终产品测定其矿浆浓度（ c ）、灰分（ A_d ）、水分（ M_{ad} ）、硫分（ $S_{t,ad}$ ）、发热量（ $Q_{net,ar}$ ）、挥发分（ V_{daf} ）、粘结指数（ G_{R-1} ）或胶质层指数（ X, Y ）（后三项只限于精煤）。

- 7.5.4 参照 MT/T 58 进行最终产品（精煤和尾煤）筛分分析。尾煤试样不得少于 50g，筛分级别至少为 4 级：大于 500 μm 、500~125 μm 、125~45 μm 、小于 45 μm 。
- 7.5.5 按照 GB/T 8899 对最终产品进行煤岩分析，对产品中的有机质及无机质要有数量分析和各组分嵌布状态的描述。
- 7.5.6 分析项目可根据需要增减。
- 7.6 试验结果整理及表述
 - 7.6.1 试验结果整理按 6.3 规定执行。
 - 7.6.2 对最佳浮选参数及试验结果做简单综述。
 - 7.6.3 根据产品分析结果解释浮选试验结果。
 - 7.6.4 用浮选速度试验结果绘制可浮性曲线图（图 1）。
 - 7.6.5 按照 MT/T 259 评定煤样的可浮性。



β —精煤产率—灰分曲线； ν —尾煤产率—灰分曲线； t —浮选时间（ t ）-精煤产率曲线
图 1 可浮性曲线示意图

8 分步释放浮选试验

按 MT/T 144 进行试验。

附录 A
(标准的附录)
选煤实验室用单槽浮选机规格要求

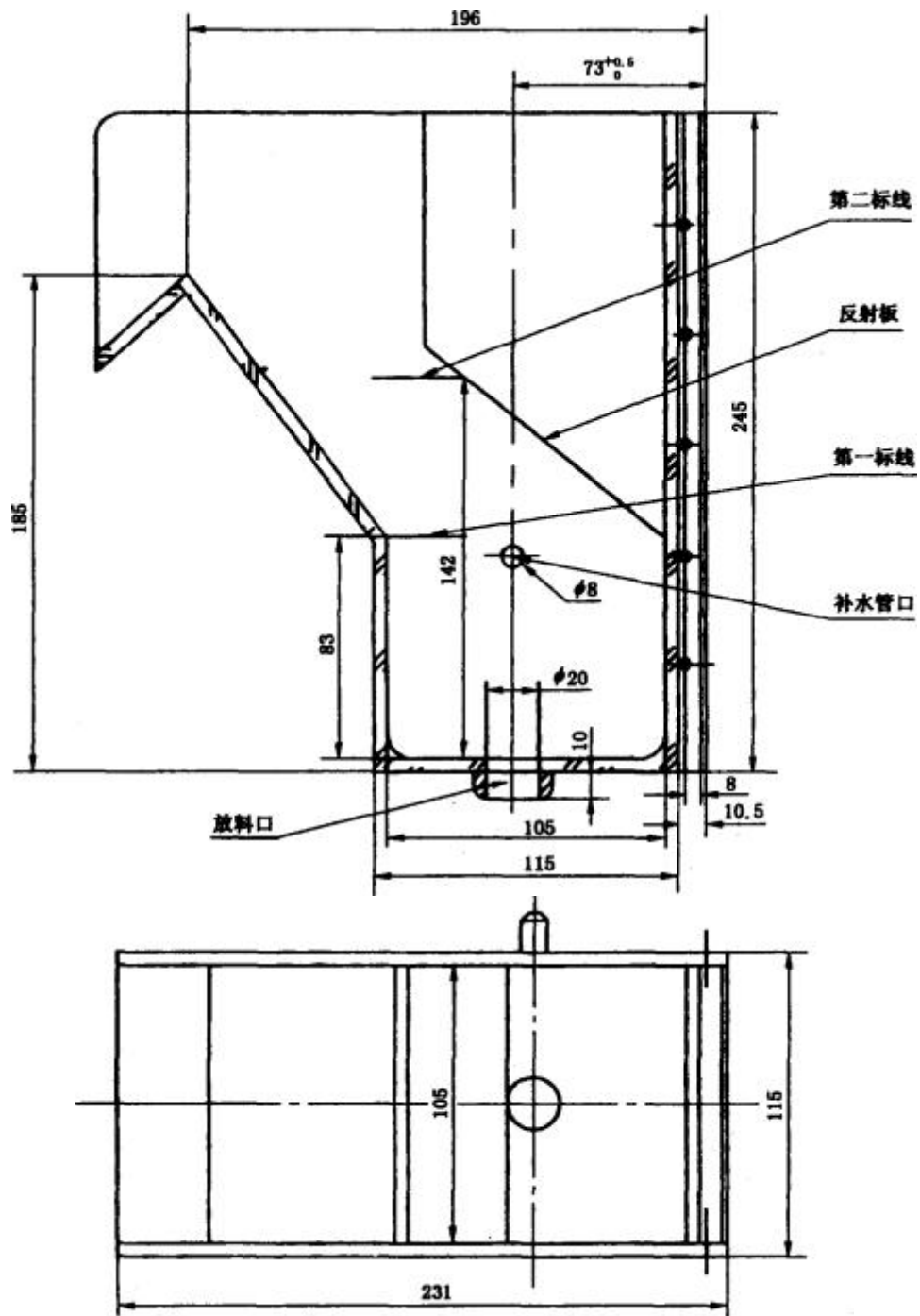


图 A1 浮选槽

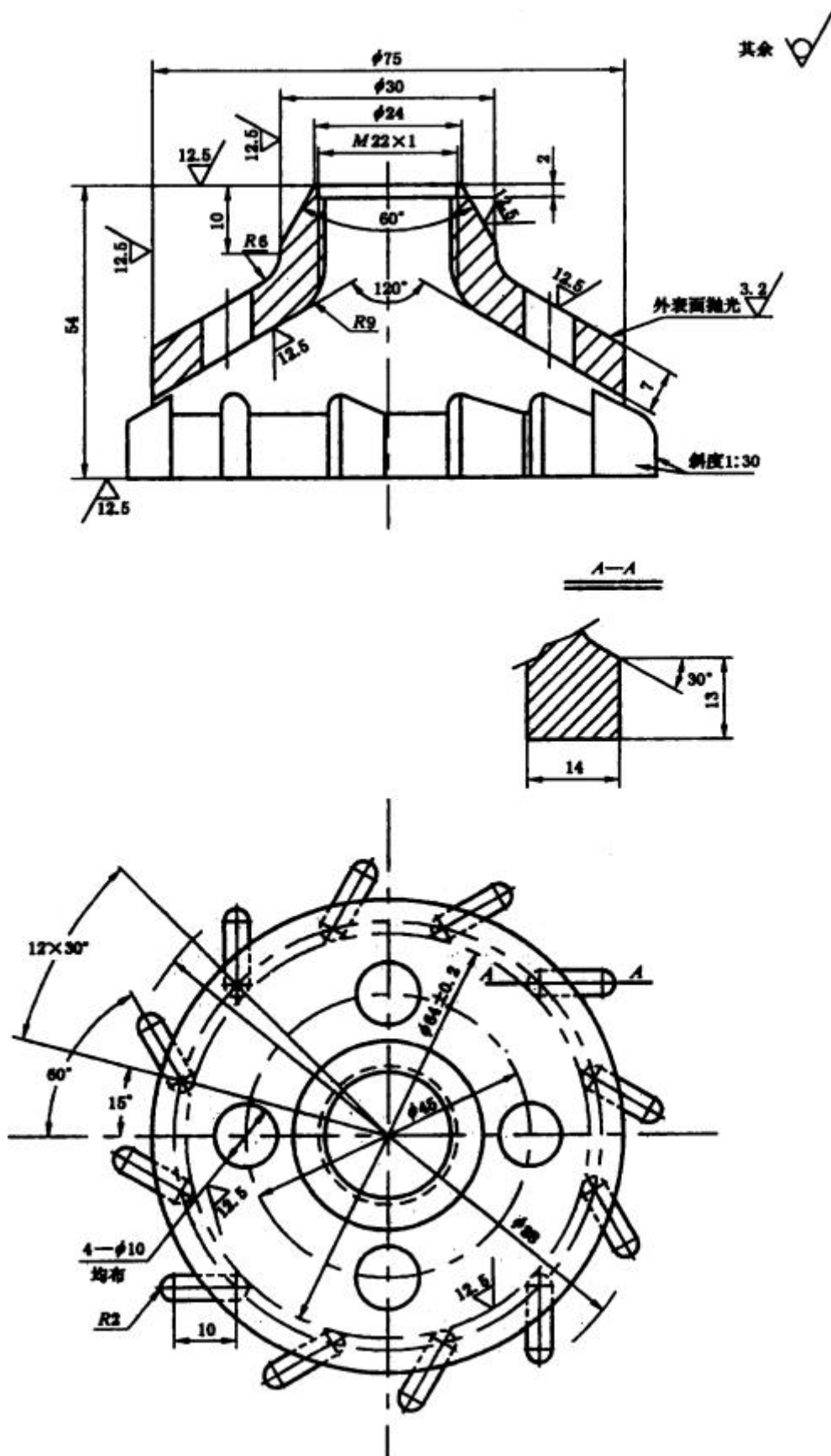


图 A3 定子

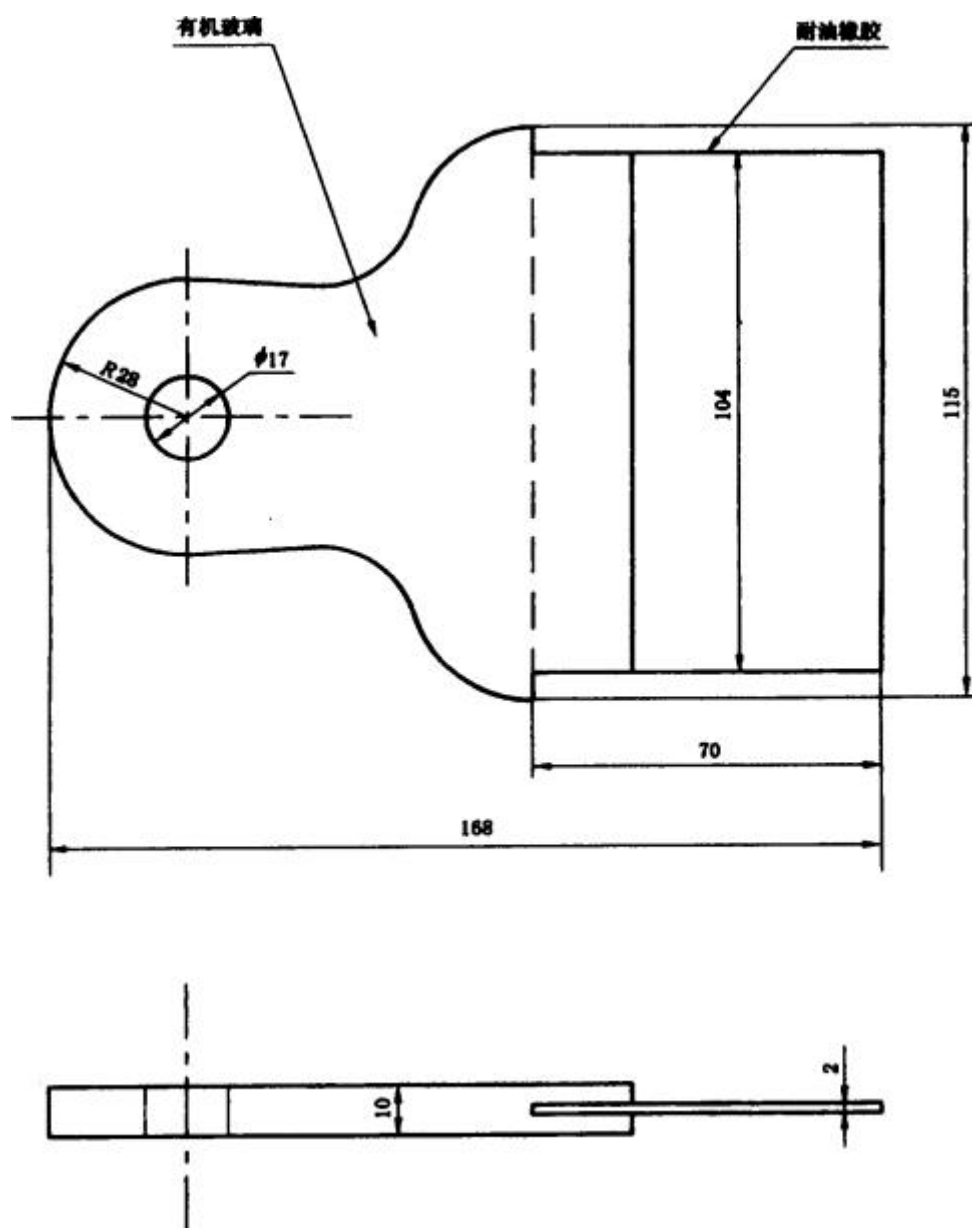


图 A4 刮板

附 录 B
(提示的附录)
试验记录表

表 B1 单元浮选试验原始记录

试验编号：煤样名称：煤样粒度：mm
浮选机容积：L
试验日期：矿浆预搅拌时间：min 矿浆与捕收剂
接触时间：min 试验日期：

定条件	可变条件				精煤						尾煤						计算		
					产品 编号	盘号	质量 ω/g	产率 γ/%	灰分 A _d /%	硫分 S _{t,d} /%	产品 编号	盘号	质量 ω/g	产率 γ/%	灰分 A _d /%	硫分 S _{t,d} /%	质量 ω/g	灰分 A _d /%	

表 B2 单元浮选试验结果

试验条件							浮选精煤			浮选尾煤			计算结果		
浆 速/ (L)	单位充 气量/ (m³/ (m²· min))	叶轮 转速/ (r/min)	捕收剂		起泡剂		产率 γ/%	灰分 A _d /%	硫分 S _{t,d} /%	产率 γ/%	灰分 A _d /%	硫分 S _{t,d} /%	计算入 料灰分 A _d /%	计算入 料硫分 S _{t,d} /%	浮选 效率 η _v
			名称	用量/ (g/t)	名称	用量/ (g/t)									

表 B3 浮选速度试验记录

试验编号：煤样名称：煤样粒度：mm
浮选机容积：
L 叶轮转速：r/min 单位充气量：m³/ (m²· min)

入料浓度：_____g/L			捕收剂名称及单位消耗量：_____g/t			起泡剂名称及单位消耗量：_____g/t			
消耗量：_____g/t			试验日期：_____						
盘号	浮选产品	浮选时间 /min	质量 ω/g	产率 $\gamma/\%$	灰分 $A_d/\%$	莫分 $S_{t,d}/\%$	累计产率 $\Sigma \gamma/\%$	平均灰分 $A_d/\%$	
	第一精煤	0.25							
	第二精煤	0.25							
	第三精煤	0.50							
	第四精煤	1.00							
	第五精煤	1.00							
	第六精煤	12.00							
	尾 煤	—							
	合 计	5.00							

附 录 C
(标准的附录)
单元浮选试验结果示例

表 C1 可比性浮选试验结果

煤样粒度：_____mm
煤样名称：_____
采样日期：_____

煤样灰分：_____
煤样硫分：_____

试验日期：_____

产品 名称	精煤				尾 煤				计算入料			
	质量 ω/g	产率 $\gamma/\%$	灰分 $A_d/\%$	硫分 $S_{t,d}/\%$	质量 ω/g	产率 $\gamma/\%$	灰分 $A_d/\%$	硫分 $S_{t,d}/\%$	质量 ω/g	产率 $\gamma/\%$	灰分 $A_d/\%$	硫分 $S_{t,d}/\%$
试验结果 1												
试验结果 2												
综合结果												
试验误差												

表 C2 最佳浮选参数及试验结果

序号	最佳浮选参数		最佳浮选参数试验结果			
	参 数	数量	名称	产率 $r/\%$	灰分 $A_d/\%$	硫分 $S_{t,d}/\%$
1	捕收剂名称及消耗量/（g/t）		入 料			
2	起泡剂名称及消耗量/（g/t）		精 煤			
3	矿浆浓度/（g/L）		中 煤			
4	浮选机单位充气量/（m ³ /（m ² ·min））		尾 煤			
5	浮选机叶轮转速/（r/min）		泡沫精煤浓度 $c/\%$			
6	加药方式		浮选完善指标 $\eta_{wf}/\%$			
7	浮选流程		可燃体回收率 $E_c/\%$			
