



中华人民共和国国家标准

GB/T 36167—2018

选煤实验室分步释放浮选试验方法

Method for coal preparation laboratory timed-release flotation analysis

2018-05-14 发布

2018-09-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本标准负责起草单位:中煤科工集团唐山研究院有限公司。

本标准参加起草单位:天地(唐山)矿业科技有限公司、太原理工大学。

本标准主要起草人:石焕、魏昌杰、刘春艳、李红旗、张鹏、刘万超、史英祥、程宇、杨茂青、邓明瑞、张健、程宏志、董宪姝、顾少雄。

选煤实验室分步释放浮选试验方法

1 范围

本标准规定了选煤实验室通过一次粗选、多次精选,将煤粉(泥)按其可浮性分成灰分不同的若干部分的试验方法。

本标准适用于粒度小于 0.5 mm 的烟煤和无烟煤。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 477 煤炭筛分试验方法(GB/T 477—2008,ISO 1953:1994,MOD)

GB/T 4757 煤粉(泥)实验室单元浮选试验方法

GB/T 30049 煤芯煤样可选性试验方法

GB/T 34164—2017 选煤厂浮选工艺效果评定方法

3 煤样

对生产煤样、煤层煤样、煤芯煤样、选煤厂煤粉(泥)进行分步释放浮选试验时,分别按 GB/T 477、GB/T 30049 和 GB/T 4757 的规定,缩分出 2 kg~3 kg 煤样供试验用。

4 设备、器具和浮选剂

- 4.1 浮选机:符合 GB/T 4757 的规定,浮选槽容积 1.5 L。
- 4.2 微量注射器:容量 0.25 mL,0.5 mL,分度值 0.01 mL。
- 4.3 微量进样器:容量 0.025 mL,0.05 mL,分度值 0.000 5 mL。
- 4.4 捕收剂:正十二烷(化学试剂) $C_{12}H_{26}$ 。
- 4.5 起泡剂:仲辛醇(化学试剂) $C_8H_{17}OH$ 。

5 固定试验条件

- 5.1 试验用水:自来水。
- 5.2 矿浆温度: $20\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.3 浮选机叶轮转速: $(1\ 800\pm 10)\text{ r/min}$ 。
- 5.4 刮泡器转速: 30 r/min 。
- 5.5 矿浆与捕收剂搅拌时间:2 min。

6 选择试验条件

- 6.1 如煤样未按 GB/T 4757 进行浮选试验,则分步释放浮选试验选择条件如下:

- a) 捕收剂:正十二烷,用量 800 g/t 干燥煤泥,1 000 g/t 干燥煤泥,1 200 g/t 干燥煤泥;对于低阶烟煤,用量 1 500 g/t 干燥煤泥,2 500 g/t 干燥煤泥,3 000 g/t 干燥煤泥。
- b) 起泡剂:仲辛醇,用量 80 g/t 干燥煤泥,100 g/t 干燥煤泥,120 g/t 干燥煤泥。
- c) 矿浆浓度:60 g/L,80 g/L,100 g/L。
- d) 浮选机单位面积充气量: $0.15 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{min})$, $0.20 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{min})$, $0.25 \text{ m}^3/(\text{m}^2 \cdot \text{min})$ 。

用四因素三水平正交设计 $[L_9(3)^4]$ 进行九次试验,选择在精煤灰分符合要求条件下,按 GB/T 34164—2017 中 3.3 浮选完善指标 η_{wf} 最高值的试验条件作为分步释放浮选试验的选择条件。必要时则应进行正交试验结果分析,经验证后确定。参见附录 A。

6.2 如煤样已按 GB/T 4757 进行了单元浮选试验,则以 GB/T 4757 中 7.5.1 浮选速度试验采用的浮选剂种类、用量、煤浆浓度和浮选机单位面积充气量作为分步释放浮选试验的选择条件。

6.3 按式(1)计算并称取试验煤样(称准到 0.1 g):

$$G = \frac{150 \times g_1}{100 - M_t} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

G ——试验煤样量,单位为克(g);

g_1 ——按 6.1 或 6.2 确定的矿浆浓度,单位为克每升(g/L);

M_t ——试验煤样全水分,%。

6.4 按式(2)计算捕收剂和起泡剂体积,并用微量注射器抽取捕收剂、用微量进样器抽取起泡剂。

$$V = \frac{Q \times G}{10^6 \times \delta} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

V ——捕收剂、起泡剂体积,单位为毫升(mL);

Q ——按 6.1 或 6.2 确定的捕收剂、起泡剂用量,单位为克每吨(g/t);

δ ——捕收剂、起泡剂密度,单位为克每立方厘米(g/cm³)。

7 试验步骤

7.1 试验步骤按图 1 分步释放浮选试验流程进行。

7.2 向浮选槽加水至第二标线(参见图 2),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。

7.3 向浮选槽内加水至第一标线,开动浮选机后向槽内加入称量好的煤样(精确至 0.1 g),搅拌至煤样全部润湿后,再加水使矿浆液面达到第二标线。

7.4 搅拌 2 min 后向矿浆液面下加入捕收剂,搅拌 2 min 后再向矿浆液面下加入起泡剂。

7.5 搅拌 10 s 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),控制补水速度,使矿浆液面在整个刮泡期间保持恒定。刮泡后期应用洗瓶将浮选槽壁的颗粒冲洗至矿浆中。

7.6 刮泡至 3 min 后,停止刮泡,关闭进气阀门及搅拌电机,将尾煤(产物 6)放至专门容器内。沉积在浮选槽下部的颗粒要清洗至尾煤产物中。粘在刮板及浮选槽唇边、槽壁的颗粒应收至泡沫产物中。

7.7 尾煤经澄清脱水后,置于 75 ℃ 的恒温干燥箱中进行干燥,冷却至空气干燥状态后称重并测定灰分,必要时测定全硫。

7.8 将泡沫产物全部倒入浮选槽内进行第一次精选,加水至矿浆液面达到第二标线,开动浮选机搅拌 30 s 后打开进气阀门,同时开始刮泡,刮泡 3 min。

7.9 重复 7.6 的操作,排出产物 5,并按 7.7 的规定处理产物 5。

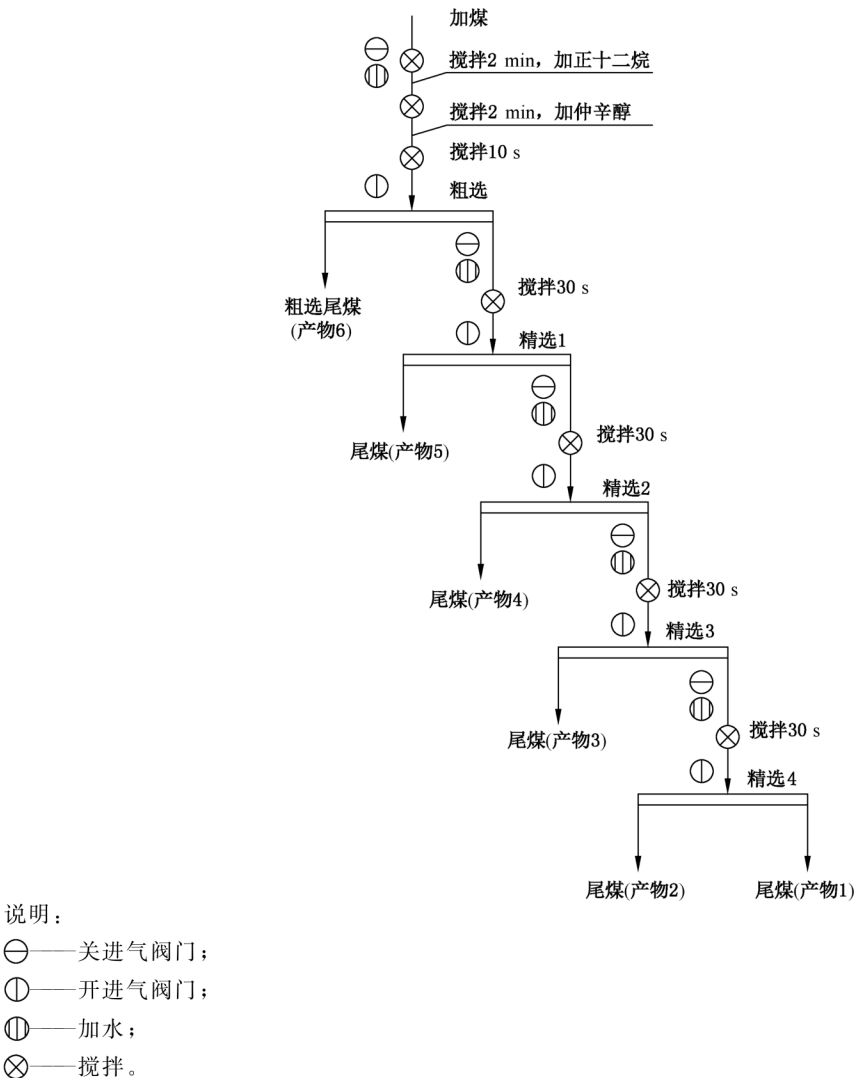


图 1 分步释放浮选试验流程图

单位为毫米

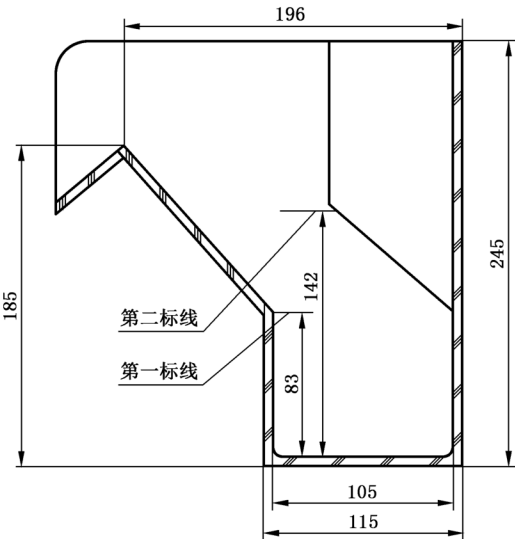


图 2 浮选槽

7.10 重复 7.8 和 7.9 的操作,直到精选四次分选出产物 4,3,2,1。

7.11 泡沫产物(产物 1)脱水后按 7.7 方法处理。

7.12 当产物 4 的产率大于 40%时,则需另做在精选 2 补加捕收剂 200 g/t 干煤泥的试验;当产物 1 的产率大于 50%时,则需另做精选 5 和精选 6 的试验。

7.13 平行试验两次。

7.14 各产物的质量称准到 0.1 g,产率、灰分、硫分的数据取小数点后两位。

8 试验允许误差

8.1 试验质量误差(试验煤样质量与产物 1 至产物 6 质量和之差)不得大于 4%。

8.2 试验煤样与产物加权平均灰分允许误差应符合下列规定:

- a) 试验煤样灰分小于或等于 20%时,相对误差不得超过 5%;
- b) 试验煤样灰分大于 20%时,绝对误差不得超过 1%。

8.3 平行试验产物 1 至产物 5 累计产率的绝对差值不得超过 2%,平均灰分绝对差值不得超过 0.5%,否则试验无效。

9 试验结果表述

9.1 将符合允许误差的两次平行试验结果填入表内(参见附录 B 中表 B.1),并将产率按算术平均法、灰分按加权平均法计算成综合结果。

9.2 用综合结果绘制分步释放浮选曲线图(参见图 B.1)。

附 录 A

(资料性附录)

分步释放浮选试验设计示例

四因素三水平正交设计试验排次 $L_9(3^4)$ 及直观分析参见表 A.1, 试验结果表参见表 A.2, 试验结果计算表参见表 A.3。

表 A.1 四因素三水平正交设计试验排次 $L_9(3^4)$

排次	因素				η_{wf}
	正十二烷 g/t	仲辛醇 g/t	浓度 g/L	单位面积充气量 $m^3/(m^2 \cdot min)$	
1	800	80	100	0.20	η_{wf1}
2	800	100	60	0.15	η_{wf2}
3	800	120	80	0.25	η_{wf3}
4	1 000	80	80	0.15	η_{wf4}
5	1 000	100	100	0.25	η_{wf5}
6	1 000	120	60	0.20	η_{wf6}
7	1 200	80	60	0.25	η_{wf7}
8	1 200	100	80	0.20	η_{wf8}
9	1 200	120	100	0.15	η_{wf9}

因素: 正十二烷(A), 仲辛醇(B), 浓度(C), 单位面积充气量(D)。

水平: 每个因素包含三个水平, 数值由小到大排列, 表示为: A_1 、 A_2 、 A_3 , B_1 、 B_2 、 B_3 , C_1 、 C_2 、 C_3 , D_1 、 D_2 、 D_3 。

表 A.2 试验结果表

排次	A	B	C	D	产率 %	灰分 %	η_{wf}
1	A_1	B_1	C_3	D_2	γ_1	A_{d1}	η_{wf1}
2	A_1	B_2	C_1	D_1	γ_2	A_{d2}	η_{wf2}
3	A_1	B_3	C_2	D_3	γ_3	A_{d3}	η_{wf3}
4	A_2	B_1	C_2	D_1	γ_4	A_{d4}	η_{wf4}
5	A_2	B_2	C_3	D_3	γ_5	A_{d5}	η_{wf5}
6	A_2	B_3	C_1	D_2	γ_6	A_{d6}	η_{wf6}
7	A_3	B_1	C_1	D_3	γ_7	A_{d7}	η_{wf7}
8	A_3	B_2	C_2	D_2	γ_8	A_{d8}	η_{wf8}
9	A_3	B_3	C_3	D_1	γ_9	A_{d9}	η_{wf9}

表 A.3 试验结果计算表

指标	精煤产率(γ) %				精煤灰分(A_d) %			
	A	B	C	D	A	B	C	D
K_1	$\gamma_1 + \gamma_2 + \gamma_3$	$\gamma_1 + \gamma_4 + \gamma_7$	$\gamma_2 + \gamma_6 + \gamma_7$	$\gamma_2 + \gamma_4 + \gamma_9$	$A_{d1} + A_{d2} + A_{d3}$	$A_{d1} + A_{d4} + A_{d7}$	$A_{d2} + A_{d6} + A_{d7}$	$A_{d2} + A_{d4} + A_{d9}$
K_2	$\gamma_4 + \gamma_5 + \gamma_6$	$\gamma_2 + \gamma_5 + \gamma_8$	$\gamma_3 + \gamma_4 + \gamma_8$	$\gamma_1 + \gamma_6 + \gamma_8$	$A_{d4} + A_{d5} + A_{d6}$	$A_{d2} + A_{d5} + A_{d8}$	$A_{d3} + A_{d4} + A_{d8}$	$A_{d1} + A_{d6} + A_{d8}$
K_3	$\gamma_7 + \gamma_8 + \gamma_9$	$\gamma_3 + \gamma_6 + \gamma_9$	$\gamma_1 + \gamma_5 + \gamma_9$	$\gamma_3 + \gamma_5 + \gamma_7$	$A_{d7} + A_{d8} + A_{d9}$	$A_{d3} + A_{d6} + A_{d9}$	$A_{d1} + A_{d5} + A_{d9}$	$A_{d3} + A_{d5} + A_{d7}$
H_1	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$	$\frac{K_1}{3}$
H_2	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$	$\frac{K_2}{3}$
H_3	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$	$\frac{K_3}{3}$
$H_{\max} - H_{\min}$								

按 $H_{\max} - H_{\min}$ 值确定影响精煤产率和精煤灰分的主次因素。按精煤产率高、精煤灰分低选择 A、B、C、D 四因素中的最佳水平, 并与 η_{wf} 比较讨论。

附 录 B

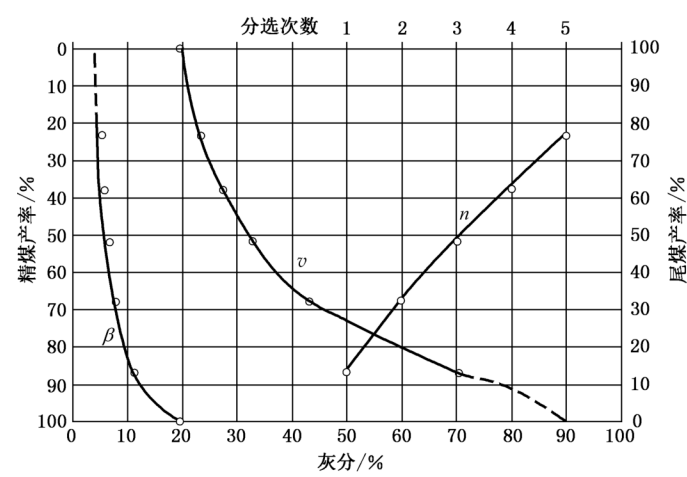
(资料性附录)

分步释放浮选试验结果示例

分步释放浮选试验结果表参见表 B.1,分步释放浮选曲线图参见图 B.1。

表 B.1 分步释放浮选试验结果表

产物 编号	第一次试验结果						第二次试验结果					
	质量 g	产率 %	灰分 %	累计产率 %	平均灰分 %	全硫 %	质量 g	产率 %	灰分 %	累计产率 %	平均灰分 %	全硫 %
1	32.5	22.27	5.35	22.27	5.35		35.0	24.14	5.31	24.14	5.31	
2	21.0	14.38	7.50	36.65	6.19		21.0	14.48	7.34	38.62	6.07	
3	20.0	13.70	8.61	50.35	6.85		20.5	14.14	8.40	52.76	6.70	
4	24.5	16.78	11.73	67.13	8.07		22.0	15.17	11.87	67.93	7.85	
5	29.0	19.86	23.22	86.99	11.53		26.0	17.93	23.81	85.86	11.18	
6	19.0	13.01	69.85	100.00	19.12		20.5	14.14	70.74	100.00	19.60	
计算 入料	146.0	100.00	19.12	—	—		145.0	100.00	19.60	—	—	
综合结果												
产物编号	1	2	3	4	5	6	计算入料	煤样名称： 采样日期： 煤样灰分:19.81% 煤样全硫:0.77% 煤样质量:150 g 煤样全水分： 试验日期： 试验者：				
产率 %	23.20	14.43	13.92	15.98	18.90	13.57	100.00					
灰分 %	5.33	7.42	8.50	11.80	23.50	70.31	19.36					
累计产率 %	23.20	37.63	51.55	67.53	86.43	100.00	—					
平均灰分 %	5.33	6.13	6.77	7.96	11.35	19.36	—					
全硫 %												



说明：
 β —— 精煤产率-灰分曲线；
 v —— 尾煤产率-灰分曲线；
 n —— 分选次数-精煤产率曲线。

图 B.1 分步释放浮选曲线图