炼焦煤胶质层指数检测影响因素的分析与管控

李春燕,江 鑫

(内蒙古包钢钢联股份有限公司焦化厂,内蒙古 包头 014010)

摘 要: 炼焦煤胶质层指数对指导配煤炼焦和焦炭强度预测具有重要的指导意义和考量价值。文章通过对煤样制备、检测设备以及检测过程等影响因素的分析,确定了影响数据准确性的主要因素,提出了检测数据准确性的实施措施。

关键词: 炼焦; 胶质层指数; 最终收缩度; 煤杯; 试样制备

中图分类号: TF053 **文献标识码:** B **文章编号:** 1009-5438(2018)05-0028-04

DOI:10.13647/j.cnki.btgkj.2018.05.008

Analysis and Control for Influence Factors of Testing Gelatinous Layer Index of Coking Coal

Li Chun-yan, Jiang Xin

(*Coking Plant of Inner Mongolia Baotou Steel Union Co., Ltd., Baotou* 014010, *Inner Mongolia Autonomous Region, China*)

Abstract: The gelatinous layer index of coking coal is with the important guiding significance and consideration value for guiding coal blending for coking and predicting coke strength. In the paper, the main factors affecting the data accuracy are determined and the implementation measures for testing data accuracy are put forward through analyzing such influence factors as coal sample preparation, testing equipment and detection process.

Key words: coking; gelatinous layer index; final contraction value; coal cup; sample preparation

炼焦煤重要的工艺性质就是黏结性和结焦性,这是评价炼焦用煤的主要技术指标。煤的黏结性反应烟煤在干馏过程中能够软化熔融形成胶质体并固化黏结的能力,是煤形成焦炭的前提和必要条件。目前表征黏结性的检测指标主要有坩埚膨胀序数、罗加指数、黏结指数、基氏流动度、胶质层指数、奥阿膨胀度和葛金焦型等,它们都是在一定条件下测定煤黏结性或塑性的指标。其中胶质层指数(*Y*值)是非常重要的表征煤黏结性指标之一。1954年和1958年指定的中国煤分类方案中都将*Y*值作为烟煤分类的主要工艺指标[1]。1986年和2009年颁布的中国煤炭分类标准中,*Y*值改为区分强黏结性烟煤的两个重要辅助指标之一[2]。此方法是前苏联萨波日尼科夫和巴西列维奇在1939年提出的,主要检测胶质层最大厚度*Y*值,最终收缩度*X*值和体积曲线类型、焦块特征、焦块抗碎能力等多种指标,其中以*Y*值的大小表征煤黏结性的好坏。胶质层指数测定过程操作要求规范性较强,影响检测数据准确性的因素较多,影响因素之间具有一定的关联性,同时检测过程的经验性也较强。通过对检测影响因素的梳理和分析,确定影响数据准

收稿日期: 2018-03-20

作者简介: 李春燕(1982-),女,河南省杞县人,工程师,现从事焦化产品质量控制研究工作。

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

确性的主要因素，并以此探讨如何减少或消除影响因素，提高检测数据的准确性。

1　胶质层指数检测方法

将 100 g 煤样装入钢制煤杯中，放入底部单向加热炉中，模拟工业条件以 3 ℃/min 升温速度加热。在煤杯中形成一系列等温面，从上到下，温度逐渐增高。软化点层面以上的煤保持原状，以下的煤则软化、熔融而形成胶质体；在温度相当于固化点的层面以下的煤则结成半焦。测定中，按温度区间用探针测定软化点与固化点两个层面之间的胶质层厚度，以最大厚度 Y 值作为胶质层指数的一个检测指标；测定过程中，同时记录煤样受热后的体积变化曲线，当全部煤样转变为半焦后，由于体积收缩，体积曲线下降到最低位置，即测得另一个指标——最终收缩度 X 值[1]。测定结束后记录的体积变化曲线可以确定体积曲线类型。

Y 值主要表征塑性阶段胶质体的数量，它与胶质体的流动性、热稳定性、不透气性和塑性温度区间有关，它对中等黏结性和较强黏结性的烟煤有较好的区分能力。该指标可以较好的反应原生黏结性和膨胀程度引起的黏结性[3]。最终收缩度取决于煤的挥发分、熔融、固化和收缩等性质及试验条件。X 值可以表征煤料在生成半焦后的收缩情况，该指标对焦炉中焦饼的收缩、焦炭的块度、裂纹的多少以及推焦是否顺利等均有参考价值。体积曲线与胶质体的透气性有直接关系，体积曲线有 7 种类型，利用体积曲线可以区分 1/3 焦煤和气煤。

2　检测影响因素的分析

2.1　制备煤样影响因素的分析与预防

煤样的制备是整个检测过程的基础和数据准确可靠的根本保证。准确测定胶质层指数，要规范煤样制备的技术要求。煤样应使用对辊式破碎机破碎到全部通过 1.5 mm 的圆孔筛，但不得过度粉碎[4]。制样过程中应使用对辊式破碎机逐级破碎，保证细煤粉所占比例不大。如果采用一次长时间破碎，细煤粉的数量将增加。从岩相上分析，煤破碎时镜煤等易熔组分易破碎，而不熔组分难破碎，黏结性好的镜煤多集中在小颗粒煤中，而黏结性差的不熔组分多集中在大颗粒中。当大于 1.5 mm 粒度煤样较多时，装入煤杯过程中容易造成偏析现象，加热过程等温面形成将受到影响，颗粒内部的热值传递会受到一定的阻碍，挥发分扩散阻力增加，颗粒内部温度梯度递增。胶质体液相包裹固相比较困难，胶质体的生成就会延后，检测的数据失真。细煤粉数量增加，煤样就易于加热且颗粒内外温度较为均匀，测定中胶质体生成的时间将提前、速度将加快，液相数量增多，粗粒数量相对较少，挥发分扩散的阻力较小，逸出的速度较快，胶质体变薄，Y 值检测数据偏低，瘦煤或部分焦煤可能无法检测出，同时体积变化曲线发生异常。

氧化对煤的性质有重大的影响，在空气中放置的煤受到外界因素的综合影响时，其物理性质、化学性质及工艺性质都会发生改变，这种变化的最根本原因就是煤的有机质和矿物质被氧化。煤样的氧化对检测结果也有重要影响。GB/T 479—2000，烟煤胶质层指数测定方法(GB/T 479—2000)[4] 中明确要求：试样应装在磨口玻璃瓶或其他密闭容器内，且放在阴凉处，试样应在制样后不超过半个月内完成。煤样的氧化存在2 个方面的影响因素：①制样烘烤水分的操作；②煤样存放时间的影响。煤样烘烤水分应在 45 ℃内完成，若煤样在制备、放置过程中烘焙温度过高或烘焙时间过长将使煤样因氧化等反应而变性，影响胶质层指数测定的准确性，导致胶质层指数失真。取45 ℃、105 ℃下干燥后的煤样做平行实验，结果见表 1。对放置不同时间的试样分析，结果见表 2。

表 1　不同温度下干燥试样胶质层指数测定指标

温度/℃	检测指标	1#试样/mm	2#试样/mm	3#试样/mm	4#试样/mm	5#试样/mm
45	Y	21.5	18.0	27.5	29.5	21.0
	X	27.5	30.0	24.5	14.0	24.0
105	Y	19.0	15.0	25.5	26.0	20.5
	X	29.0	34.0	26.0	19.0	22.5

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net

表2 不同放置时间试样胶质层指数测定指标 mm

试样名称	检测指标	1天	5天	15天	30天	60天
1#试样	*Y*	19.5	20.0	18.5	16.5	16.5
	X	24.5	25.5	26.0	27.5	30.0
2# 试样	*Y*	17.5	17.0	16.5	13.5	12.0
	X	37.0	36.0	38.5	38.5	40.0

从表1和表2的数据分析可知，随着氧化程度的加剧，*Y*值在降低，*X*值有所升高。其原因在于，煤样氧化造成煤样表面可以接触和吸附更多的氧气分子，导致吸氧量增加。胶质体是由煤大分子结构上脱落的侧链和官能团形成的，这些侧链的数量直接决定着煤的黏结性，氧含量高时，生成较多的气态产物和较少的液体产物，故黏结性变差，体现在胶质层指数测定技术指标上*Y*值降低，*X*值略有升高。煤种不同，*Y*值和*X*值变化程度有所区别。因此检测试样的制备要严格按照检测标准并在规定时间内完成。

2.2 检测设备装置影响因素的分析

2.2.1 煤杯

胶质层指数测定采用的是单侧加热方法，并以在煤杯中形成一系列等温层面为基础。因为煤杯的材质不同，其导热系数就不同，造成煤受热的强度也不一样，致使等温面不平整，温度高的地方，等温面凸起，温度低的地方，等温面凹进。检测过程中如果探针的测点在凸起部位，检测值就偏高；若在凹进部分，检测值就会偏低。因此用不同材质（如不锈钢、45#钢、铸铁等）的煤杯检测出的*Y*值会不同，标准统一规定使用45#钢制作煤杯。另外，煤杯热电偶铁管最低端厚度不超过3 mm，如果太厚，热电偶测温延迟，控温仪读数和体积曲线也将失真。

检测中煤杯上下要使用0.5～1.0 mm厚的石棉圆垫，由于其具有良好的透气性，可使试验中生产的挥发物顺利通过石棉垫排除煤杯外。不可使用厚石棉垫，更不能使用橡胶石棉等透气性差的材料，否则会使检测结果偏高。

煤杯的清洗对检测试验也有一定的影响。煤杯使用过一段时间后，杯底透气孔逐渐堵塞变小，影响其透气性，导致检测值不准，应定期更换新煤杯。每次试验结束清理煤杯后，应仔细检查杯底透气孔，用粗细适中的钢针逐一疏通。

2.2.2 探针

胶质体生成后需要使用专用的探针测量出胶质层在不同温度变化下的厚度，形成最大胶质层厚度*Y*值的检测指标，探针对检测数据也有很大的影响。探针除必须满足标准规定外，其刻度最好经过计量校准，以精准刻度测量胶质层的厚度，可以最大程度减少误差。探针的底部要平齐钝头，使用时间较长的探针应及时更换，以免探针底部尖锐扎破胶质体甚至半焦，致使检测数据失真。同时探针的衬板要平整光滑，抽送顺畅，针杆要笔直无弯曲。

2.3 检测过程

2.3.1 煤杯装入试样过程

试验前应做好检查准备工作，彻底清理残留在煤杯、热电偶套管及压力盘上的焦屑，避免压力盘与杯壁、压力盘与热电偶套管直接摩擦形成阻力，导致体积曲线的失真，影响测定结果。检查煤杯热电偶是否插到电偶套管底部。若未插到底，会使显示温度低于实际温度，这种情况下，为使显示温度达到规定温度值，会导致实际升温速度过快，从而使煤的软化、热分解及生成胶质体的进程大大改变，影响测定结果。

装煤样时，应堵住热电偶套管防止煤样进入，否则会影响试验温度从而影响测定结果。混样时，应严格遵循“棋盘法”取样称量，“四分法”装样，确保称量的准确度。为使煤样堆积密度一致、测定结果重现性好，煤样装入煤杯后应用金属针或平煤钩将煤样摊平，不得捣固，并确保前后煤杯装填样高度一致，相差不超过1 mm。若煤样混合不均匀，煤样在结焦过程中发生反应不同，导致整个加热过程中体积曲线不规则，从而影响到最大收缩度*X*值。

2.3.2 检测升温过程的影响分析

升温速度是影响胶质层指数测定的重要因素。在30 min内将温度从室温升到250 ℃，之后以3 ℃/min的速度均匀加热至730 ℃，其中在350～600 ℃之间实际温度与标准温度之差不超过5 ℃，在其它温度阶段不超过10 ℃，否则试验作废。从室温到250 ℃这一段时间，主要作用是干燥，煤本身并不发生热分解，所以对升温速度没有严格的要求；350～600 ℃是煤发生热分解并产生胶质体的阶段，

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved. http://www.cnki.net

升温速度对检测结果影响很大，所以对升温速度的要求很严格；600 ℃以上煤样已完全固化，对升温速度要求可以宽泛一些。

试验开始时，炉砖必须处于室温，因为热炉砖会增加煤样的受热强度，而使 Y 值偏高。整个试验过程一定要控制均匀的升温速度，如果温度控制装置不符合要求，升温速度不均衡或由于煤气、焦油等从杯底排气孔喷出，遇高温燃烧，使杯底温度骤然升高，或者聚集的炭黑使硅碳棒短路，都将严重影响煤的分解及胶质体的生成与固化，从而导致试验结果不准确。

2.3.3　探针测定过程

胶质层指数测定的最终过程是要使用探针检测出不同温度下煤样的胶质层厚度，从而判断出最大胶质层厚度，因此探针技术就显得尤为关键，需要检验人员具有丰富的经验，否则会严重影响检测结果。不同检验水平人员对同一试样的分析结果见表 3。

表 3　不同检验水平人员对同一试样 Y 值的分析结果　　mm

曲线类型	平滑下降型	微波型	之字型	山字型	之山混合型	备注
操作者 1	16.5	21.0	20.0	23.0	27.0	技师
操作者 2	17.5	21.0	21.5	23.5	28.0	技师
操作者 3	18.5	22.0	19.5	20.5	25.0	5 年经验
操作者 4	18.5	23.0	25.5	18.5	22.0	新入职者

试验人员应掌握正确的手感测定上下层面。测上层面时，探针插入时感到有阻力即可，因为胶质体层面是软的胶体状物质，所以不能用力去扎，否则会将上层面扎凹使测量值偏低。测下层面时，则要确保探针穿透胶质体达到半焦表面，当胶质体很稀薄时，探针插入要缓慢，用力要轻，遇到阻力时即为上层面，再辅加一点力缓慢扎穿，感到阻力稍大时停止，即为下层面。由于胶质体的黏度大小不一，所以，用力的大小也应不同。对于平滑下降、波形之类的体积曲线煤样，由于胶质体黏度不大，稍用力即可扎穿胶质体。而“山字型”、“之字形”、“山之混合型”胶质体很黏稠时，测完上层面后，必须用较大的力才能穿透胶质体，但用力要均匀垂直，否则既扎不下去，又会把探针扎弯甚至折断。待穿透胶质体达到气泡层面时，就会明显感到阻力减小，很顺利地达到半焦表面。对于平滑斜降和部分平滑下降型的煤样，由于胶质体的黏度非常小，而下层面——半焦层较软（因为结焦不好），测定的手感不容易掌握，稍一用力就会将半焦扎穿，这个孔将会遗留下来直到实验结束，使检测值不准。所以对于这样的煤样，检测时插入探针后感到有阻力了就是上层面，然后轻轻地插穿胶质体，感到稍大一点的阻力，即为下层面，不可用力去扎[5]。探针每测完一点后都应及时拔出，防止在下一次测量之前下滑入探测孔，阻碍胶质体膨胀收缩，影响下一次的测量。探针应定期清洗，遇弯曲时应及时更换。探针力量大小的掌握，主要依靠经验。

3　结束语

胶质层指数测定有严格的规范，对实践操作经验要求较强。煤样制备的细度和温度、检测煤杯及探针、检测中升温过程及探针测定是准确测定胶质层指数的关键因素。

参　考　文　献

[1] 陈鹏. 中国煤炭性质、分类和利用[M]. 北京：化学工业出版社，2006.
[2] GB/T5751－2009，中国煤炭分类[S].
[3] 鲍俊芳，薛改凤. 炼焦煤焦化特性评价指标探讨[J]. 燃料与化工，2014，45(2)：47－49.
[4] GB/T479－2000，烟煤胶质层指数测定方法[S].
[5] 李英华. 煤质分析应用技术指南[M]. 北京：中国标准出版社，2009.

(C)1994-2023 China Academic Journal Electronic Publishing House. All rights reserved.　http://www.cnki.net