

李振,付艳红,周安宁,等.高惰质组煤微波诱导裂纹特征的研究[J].煤炭学报,2017,42(S1):247-252.doi:10.13225/j.cnki.jccs.2016.1264

Li Zhen,Fu Yanhong,Zhou Anning,et al.Microwave-induced crack characteristics of higher inertinite content coal[J].Journal of China Coal Society,2017,42(S1):247-252.doi:10.13225/j.cnki.jccs.2016.1264

高惰质组煤微波诱导裂纹特征的研究

李 振^{1,2} 付艳红¹ 周安宁^{1,2} 朱子祺³ 杨 超¹ 刘莉君¹ 于 伟¹

(1.西安科技大学 化学与化工学院,陕西 西安 710054; 2.国土资源部煤炭资源勘查与综合利用重点实验室,陕西 西安 710054; 3.神华神东煤炭集团有限责任公司 洗选中心,陕西 榆林 719315)

摘 要:为拓展微波技术在西部高惰质组煤炭资源精细加工中的应用,以 3 种西部典型高惰质组煤为研究对象,研究了微波诱导裂纹形成的规律。结果表明:单独的微波辐照对煤粉碎特性影响较小,但可提高进一步机械粉碎的粉碎效率,且微波对不同粒度煤样的响应不同;裂纹数量和微波能量之间存在线性递增的关系;裂纹数量随煤样粒度减小呈现先增大后减小的趋势,且在 74~125 μm 粒度范围内达到最大。通过扫描电镜和煤岩光片进一步分析裂纹的形态、生长和扩展,可知在微波诱导作用下高惰质组煤存在 3 种裂纹生成模型,即界面裂纹、组内裂纹、差异性裂纹。

关键词:高惰质组煤;微波诱导;裂纹

中图分类号:TD921.2 文献标志码:A 文章编号:0253-9993(2017)S1-0247-06

Microwave-induced crack characteristics of higher inertinite content coal

LI Zhen^{1,2}, FU Yan-hong¹, ZHOU An-ning^{1,2}, ZHU Zi-qi³, YANG Chao¹, LIU Li-jun¹, YU Wei¹

(1.College of Chemistry and Chemical Engineering, Xi'an University of Science and Technology, Xi'an 710054, China; 2.Key Laboratory of Coal Resources Exploration and Comprehensive Utilization, Ministry of Land and Resources, Xi'an 710054, China; 3.Washing Center, Shenhua Shendong Coal Group Co., Ltd., Yulin 719315, China)

Abstract: In order to expand the application of microwave technique in the refined processing of western coal resources with higher inertinite content, the formation rules of microwave-induced cracks were investigated with three kinds of typical higher inertinite content coal. The results manifested that the separate microwave irradiation has minor influence on the pulverizing characteristics of coal, but could further improve pulverization efficiency. Besides, it has different responses to coal samples with different particle sizes; the number of cracks and microwave energy are linearly increased; with the decrease of particle size, the number of cracks increases at first and then decreases, which reaches its maximum when the particle size varies from 74 μm to 125 μm. From the analysis of the morphology, growing and propagation of cracks by SEM and coal petrography slices, it can be known that higher inertinite content coal has three kinds of crack formation models under microwave induction, i.e., interface crack, in-maceral crack and differentiated crack.

Key words: higher inertinite content coal; microwave-induced; crack

随着煤炭开采的战略性西移,西部高惰质组煤在我国的能源结构中所占比例越来越大,但因惰质组含量较高,严重制约了其进一步的深加工^[1-2]。为高效合理地利用这一部分煤炭资源,以煤岩组分分离为代

表的精细加工越来越受到重视。已有研究表明^[3-4], 确保各组分解离的粒度条件较为苛刻(一般为 $< 10 \mu\text{m}$);加之常规的粉碎技术存在作用方式、效果等方面的局限性,由此适配于煤岩组分解离的高效粉碎技术成为瓶颈技术之一。作为外场协同的代表性技术,微波因具有加热速度快、可均匀选择性加热等优点,成为主流外场技术之一^[5-7]。国内外关于微波辅助技术在煤炭粉碎领域的应用已有一些研究:赵伟^[8]等研究了微波辅助球磨技术在煤岩组分选择性解离中的应用,指出微波-机械力化学处理对神府煤粒度及可浮性有较大影响;朱向楠^[9-10]等发现通过微波预处理可以显著地提高煤样的细磨效果以及改善后续的浮选过程;国外相关学者研究发现微波预处理可使煤粒产生微裂纹和小裂缝^[11-12],实现磨矿细度和效率的提高。尽管对于微波预处理辅助煤岩组分

解离以及改善粉碎特性等方面已有较多研究,但关于微波诱导粉碎裂纹产生规律的研究鲜有报道。本文以3种典型西部高惰质组煤为研究对象,研究微波诱导裂纹的生成规律,以为微波辅助粉碎解离领域提供进一步的技术与理论补充。

1 实验部分

1.1 原料及主要设备

以典型西部高惰质组煤—神东上湾煤(SW)、神府张家峁煤(ZJM)、宁东羊场湾煤(YCW)为代表性煤样作为研究对象,原煤的工业分析及元素分析见表1,原煤的显微组分分析如图1所示。综合分析可知:原煤碳及固定碳含量较高,氢、挥发分、灰分含量较低,惰质组分偏高(均占到50%左右),为煤质较优的高惰质组煤。

表1 原煤的工业分析及元素分析

Table 1 Proximate analysis and ultimate analysis of raw coal

煤样	工业分析/%				元素分析/%					
	A_{ad}	M_{ad}	V_{daf}	FC_{ad}	S_{ad}	C_{daf}	H_{daf}	O_{daf}	N_{daf}	S_{daf}
SW	7.73	3.48	32.54	56.25	0.50	68.94	3.36	26.93	0.54	0.23
ZJM	4.45	3.71	32.83	59.01	0.45	68.59	3.77	27.05	0.43	0.16
YCW	11.84	6.93	30.72	49.75	0.76	65.80	3.29	30.02	0.10	0.79

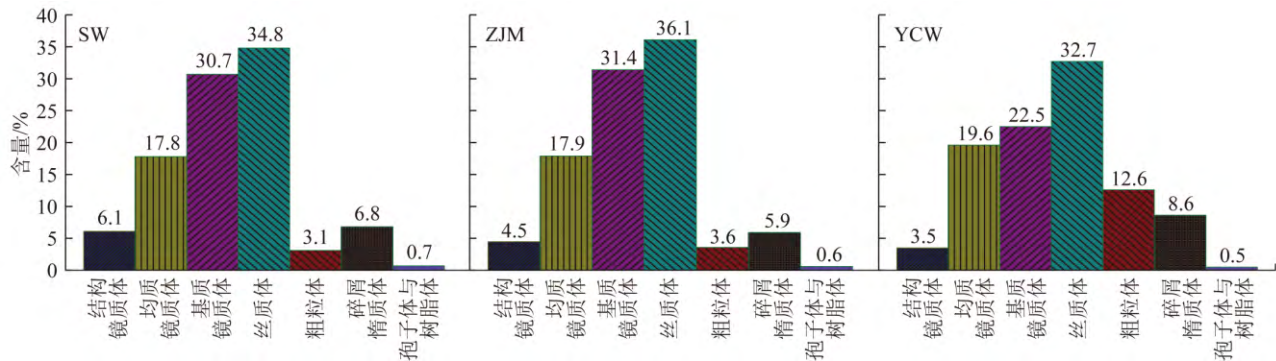


图1 原煤的煤显微组分分析

Fig. 1 Analysis of macerals distribution of raw coal

主要设备采用昆明理工大学非常规冶金教育部重点实验室研制的多功能箱式微波材料处理系统,系统主要技术参数如下:微波系统输出功率1.5 kW,连续可调,水冷磁控管,配套标准波导;微波频率 (2450 ± 50) MHz;炉管形式为竖式石英炉管(带多孔隔板);炉管内有效空间约 150 cm^3 ,盛放容器为刚玉-莫来石陶瓷坩埚;PID自动/手动调节功率;管外热偶测温,顶部炉料红外测温,热偶最高耐受温度 $1200 \text{ }^\circ\text{C}$;气体通道为自下而上逆流式的氮气通路;安全保护设有误操作安全锁定、钥匙开关、断水保护

等;水冷循环,压力不小于 0.20 MPa ;微波漏能低于国标GB 10436—1989。

1.2 实验方法及结果表征

(1) 实验方法

将煤样初破碎至粒度小于 1 mm 。称取实验用煤样 10 g ,置入专用瓷盘铺平,放入微波设备中并通入氮气,启动设备进行微波加热,固定微波时间 4 min ,微波功率设定为 $200, 400, 600, 800, 1000$ 和 1500 W 。微波停止后在氮气保护条件下进行自然冷却,冷却至室温后将实验用煤样装入塑封袋。为对比

考察微波预处理对煤样粉碎性能的影响,对未经和经过微波预处理后的煤样进行棒磨实验,设定棒磨时间为 5 min,并对磨矿产物进行筛分法粒度分析。

(2) 裂纹条数统计及形貌分析

将实验所得粉煤样制成煤岩光片,在显微镜下进行煤岩内部裂纹的统计,裂纹的统计参照煤岩显微组分含量统计的标准(GB/T 8899—2013)来进行。按照裂纹的形貌可将其划分为裂纹宽度超过 1 μm 的粗裂纹和宽度小于 1 μm 的细裂纹两大类。在 500 倍油浸镜下等距离移动煤岩光片连续截取 50~100 张煤岩光片照片,并对照片划分为 9 个小格,统计每个小格内部的裂纹条数以及裂纹类型,如图 2 所示。采用裂纹含量对裂纹进行定量表征,其中裂纹含量 = 有效裂纹数量 / 选取的照片中所有裂纹数量之和;有效裂纹为每个小格中穿越不相邻两条边界的裂纹数量之和。利用扫描电镜观察微波处理后煤样的表面形貌特征,对比分析不同组分中裂纹的形态和裂纹生长的趋势。

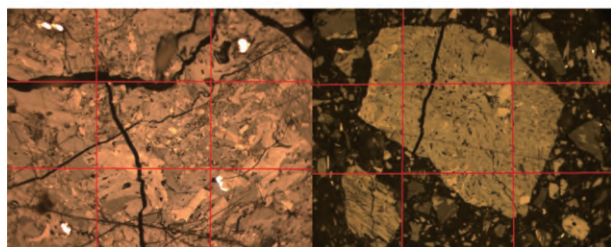


图 2 裂隙-裂纹统计方法

Fig. 2 Statistical approach for fracture-crack

2 结果和讨论

2.1 微波辐照对煤样粉碎特性的影响

由于所选取的 3 种西部高惰质组煤样对应的粉碎规律相似,因此仅展示 SW 对应的粒度分布结果,分析微波辐照对煤样粒度分布的影响。由图 3 可知,经微波辐照处理后煤样粒度分布的变化较小,表明单独的微波辐照作用对煤的粉碎特性影响甚微。通过进一步的机械粉碎(棒磨),微波辐照的作用才显现出来,对应结果如图 4 所示。随微波功率的增加,>75 μm 颗粒的产率逐渐下降,45~75 μm 颗粒产率增加程度明显,说明微波辐照作用诱导煤内部产生微细裂纹,有效提高了磨矿效率;且大颗粒更容易被粉碎成小颗粒,-45 μm 颗粒产率呈现先增大后减小趋势,推测当颗粒中微细粒(-45 μm)增加到一定程度后团聚现象明显而导致对应细粒含量下降。综上分析,微波对不同粒度煤样的响应不同,即经微波辐照后大颗粒的裂纹密度多于小颗粒的裂纹密度,这与前

人的研究结论^[13-14]一致。

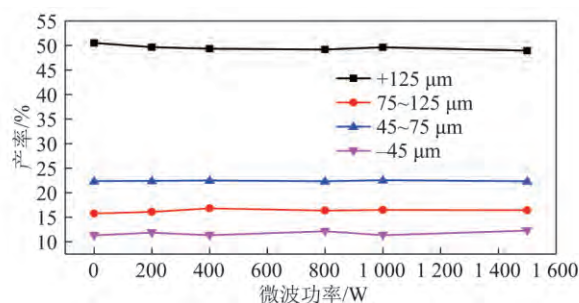


图 3 微波辐照前后煤样的粒度分布

Fig. 3 Particle size distribution of coal samples before and after microwave irradiation

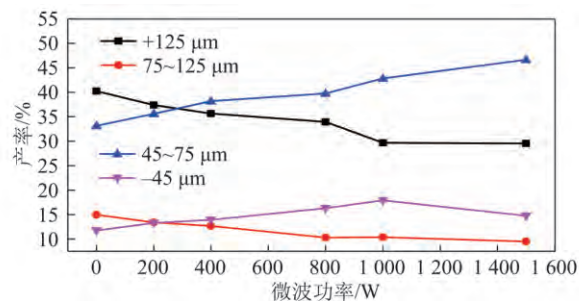


图 4 微波预处理-棒磨作用后煤样的粒度分布

Fig. 4 Particle size distribution of coal samples after microwave pretreatment-rod milling

2.2 微波辐照对裂纹的影响

(1) 微波能量对裂纹的影响

将微波功率与裂纹含量对应的散点图进行线性拟合,结果如图 5 所示。在本研究范围内,随微波功率的升高,煤粒裂纹的数量逐渐增多;微波功率和裂纹含量之间有明显的线性关系,如方程(1)所示。

$$t = AP + B \tag{1}$$

式中 t 为裂纹含量,%; P 为微波功率, W; A, B 分别为颗粒热性质参数,其中 A 的取值在 0.010 2 左右,波动范围 ±0.001。

基于以上分析可以看出,微波辐照的功率越高(或能量密度越大^[15]),颗粒表面的机械力强度减小越明显,表现为裂纹数量越多。

(2) 粒度与裂纹数量的对应关系

微波可以快速地渗透入煤中并将电磁能转化为热能,造成不同程度的膨胀,导致热应力大于矿石晶界的结合力,诱导裂纹产生^[16-17]。图 6 为粒度与裂纹数量的对应关系。经微波辐照后,随煤样粒度的减小,对应煤样裂纹数量呈先升后降的趋势;并在 74~125 μm 粒度范围内达到最高。分析原因为:① 随颗粒粒度的减小,微波的作用逐渐可以克服煤样内部的黏聚力,从而使得裂纹数量逐渐增多;当颗粒粒度减小至某一范围时,由于裂纹的继续生长使得部分颗粒

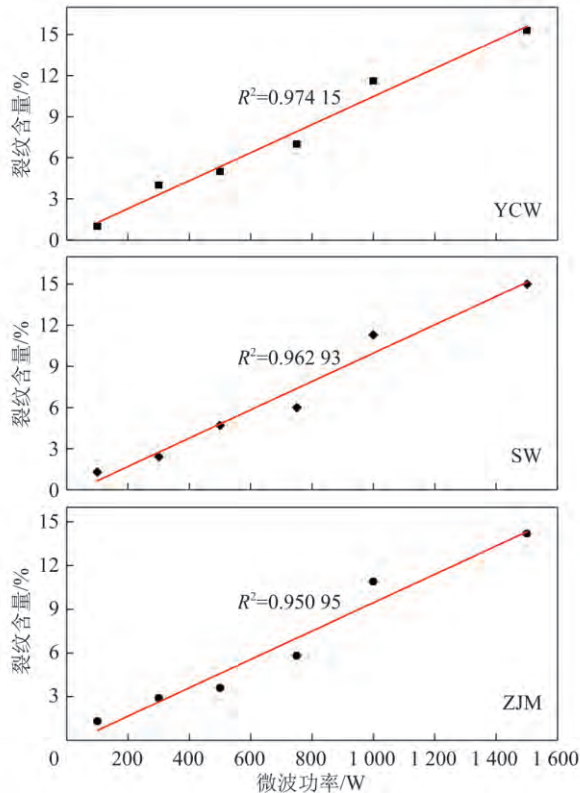


图5 不同微波功率作用下的裂纹统计含量
Fig. 5 Statistical contents of cracks under different microwave power

发生粉碎,从而在细粒物料中开始产生裂纹消失(减少)的现象;②为产生足够大的热应力来诱导裂纹的产生,随颗粒粒度的减小需要更多的能量用来升高温度^[17-18],由此在固定的能量作用下,微波对小颗粒(-74 μm)的影响更小,对应小粒径颗粒的裂纹数量较少。

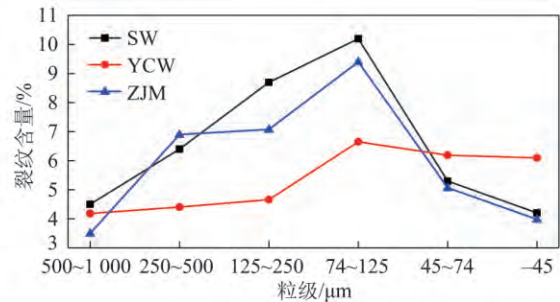


图6 煤样不同粒级对应的裂纹含量
Fig. 6 Crack contents corresponding to coal samples with different particle sizes

(3) 裂纹形貌分析

图7为微波辐照后煤样裂纹的SEM图。

微波具有选择性加热的作用,因矿石中不同组分的加热速率不同,易在热活性和热惰性组分之间产生热力梯度,诱导热应力与热挤压作用,在矿石内部主要产生挤压应力,在外部界面主要产生剪切应力与拉伸

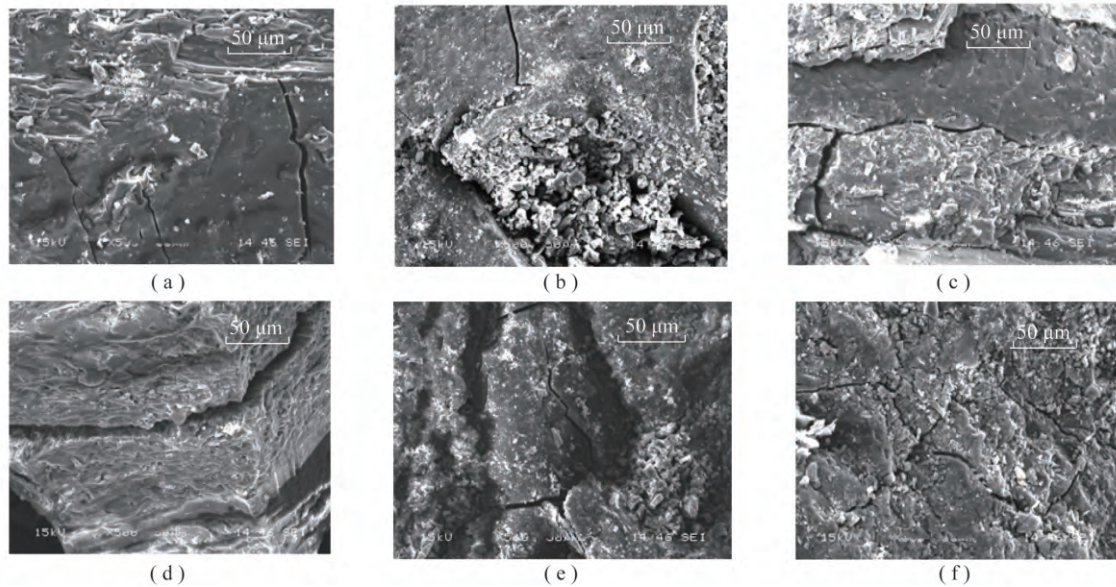


图7 微波辐照后煤样裂纹的形貌

Fig. 7 Morphology of coal sample cracks after microwave irradiation

应力,从而造成了裂纹形式的多样性^[18-19]。图7(a)反映了镜质组产生了一些较细的裂纹:由于镜质组结构均一、力学性质稳定,因此微波辐照后镜质组出现的裂纹往往呈现出直线或近直线的形式。图7(b)反映了煤中矿物质对微波诱导裂纹的影响:由于部分矿物质的极性高于煤,微波辐射过程中升温速率远高于煤(例

如在0.65 kW微波作用下,黄铁矿加热速率为1.89 °C/s,煤的加热速率为0.2 °C/s^[20])。加之矿物质受热膨胀,使得裂纹以矿物质为中心呈现辐射状散布。图7(c)反映了煤岩组分间的界面裂纹:由于煤显微组分界面处结合力较弱,因此在微波辐照作用下由于镜质组和惰质组的微波响应不同而使得这种差异在组分

界面处显现,出现裂纹的扩展。图 7(d) 反映了惰质组内部的裂纹: 由于丝质组的结构较为疏松,微波作用下结构中的水分快速由液体变为气体导致内部应力增加^[20],诱导惰质组内部裂纹的产生且呈间隙较大的扩展状。图 7(e)、(f) 反映了裂纹间的导通和扩展: 由于微波辐照的作用,煤中惰质组和镜质组均会因为热应力而产生裂纹,相邻近的裂纹由于要平衡这种热应力而出现裂纹的导通或向外部进行扩展。

(4) 煤岩光片分析

通过煤岩光片分析,进一步考察裂纹在煤岩组分内部的生长和扩展,选取代表性的煤岩裂纹如图 8 所示。惰质组中的裂纹多沿着其结构进行扩展,扩展过

程中会呈现出形似于树杈状的裂纹(图 8(a)),推测在粉碎过程中惰质组沿其裂纹方向呈碎散状破碎;细脉嵌布的组分其裂纹的生长一般沿嵌布的纹理进行扩展(图 8(b)),说明微波辐照对细脉型嵌布的煤岩组分分解具有一定的促进作用;裂纹较多的煤粒,在微波辐照的过程中会出现裂纹间的导通和裂纹的穿越(图 8(c)),裂纹在生长过程中如遇到不同的组分,会发生组分界面的裂纹截止(图 8(d)~(f)),这是由于不同组分之间因为热失配产生较大的局部热膨胀应力,导致裂纹从热活性组分处进行扩展来平衡能量的增加(裂纹的扩展实质为能量的释放),当再遇到其他热惰性组分时,便会表现为裂纹的截止。

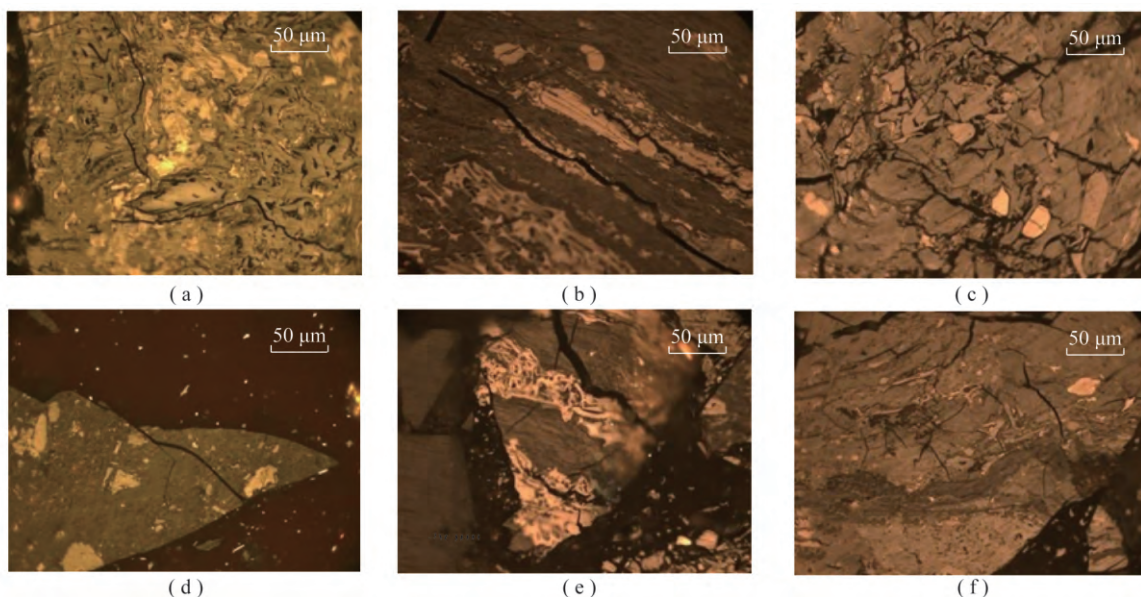


图 8 微波辐照后煤样的煤岩光片

Fig. 8 Coal petrography slices after microwave irradiation

2.3 微波诱导裂纹生成模型预测

基于前述实验及分析,提出高惰质组煤微波诱导作用下的 3 种裂纹生成模型如图 9 所示。

在相邻两种组分之间产生界面裂纹(图 9(a)),在进一步的粉碎作用下颗粒易沿着分离面进行破碎;不同组分内部产生组内裂纹(图 9(b)),在遇到不同组分时会产生裂纹的截止;对于矿物质嵌布较多的煤粒,微波在热活性矿物(如黄铁矿、磁铁矿、黄铜矿)和热惰性矿物(如碳酸盐矿物、硫酸盐矿物)之间产生热失配^[21],矿物质被选择性活化而产生差异性裂纹(图 9(c)),此时因为矿物质膨胀产生裂纹数量较多,并在不同矿物质之间发生裂纹的导通和穿越。

3 结 论

(1) 微波预处理可诱导煤内部产生微细裂纹,从而提高机械粉碎效率,且微波对不同粒度煤样的响应

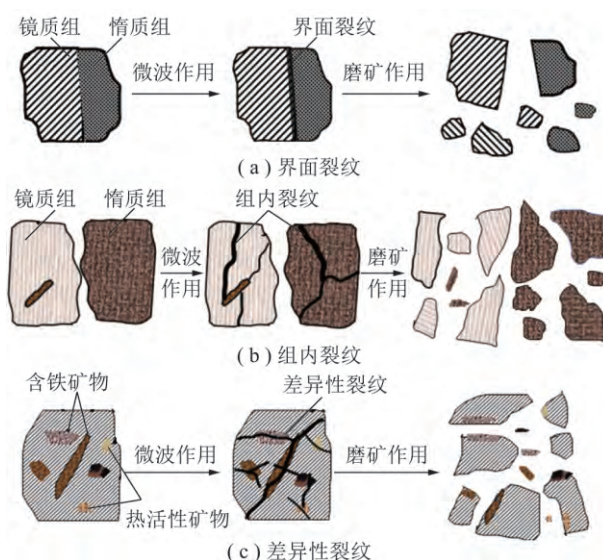


图 9 高惰质组煤微波诱导裂纹生成模型

Fig. 9 Microwave-induced crack formation models of higher inertinite coal

不同。

(2) 在研究范围内, 裂纹数量和微波能量之间存在线性递增的关系; 微波辐照的功率越高, 颗粒表面的机械力强度减小越明显, 表现为裂纹数量越多。

(3) 经微波辐照后, 随煤样粒度的减小, 对应煤样裂纹数量呈现出先升后降的趋势; 并在 74 ~ 125 μm 粒度范围内达到最大。

(4) 微波加热具有选择性, 在不同组分间发生热失配产生了较大的热力梯度诱导裂纹的产生, 进而使得裂纹形式多样。高惰质组煤在微波诱导作用下存在 3 种裂纹生成模型, 即界面裂纹、组内裂纹、差异性裂纹。

参考文献 (References):

- [1] Walker R, Mastalerz M. Functional group and individual maceral chemistry of high volatile bituminous coals from southern Indiana: controls on coking [J]. *International Journal of Coal Geology* 2004, 58(3): 181-191.
- [2] Huang W, Tang S, Tang X, et al. The Jurassic coal petrology and the research significance of Northwest China [J]. *Coal Geology & Exploration* 2010, 38(4): 1-6.
- [3] 王美丽, 舒新前, 朱书全. 煤岩组分分解与分选的研究 [J]. *选煤技术* 2004(4): 33-36.
Wang Meili, Shu Xinqian, Zhu Shuquan. Research on liberation and separation of coal [J]. *Coal Preparation Technology* 2004(4): 33-36.
- [4] Zhu Xiangnan, Tao Youjun, He Yaquin. Crushing and liberation characteristics of coking middlings under extrusion crushing [J]. *Journal of China University of Mining & Technology* 2015, 44(4): 716-718.
- [5] Samanli S. A comparison of the results obtained from grinding in a stirred media mill lignite coal samples treated with microwave and untreated samples [J]. *Fuel* 2011, 90(2): 659-664.
- [6] Uslu T, Atalay Ü, Arol A I. Effect of microwave heating on magnetic separation of pyrite [J]. *Colloids & Surfaces A: Physicochemical & Engineering Aspects* 2003, 225(1-3): 161-167.
- [7] 夏浩, 刘全润, 马名杰, 等. 微波技术在煤炭加工利用过程中的应用 [J]. *煤炭转化* 2012, 35(1): 86-89.
Xia Hao, Liu Quanrun, Ma Mingjie, et al. Application of microwave in coal processing and utilization [J]. *Coal Conversion* 2012, 35(1): 86-89.
- [8] 赵伟, 周安宁, 李远刚. 微波辅助磨矿对煤岩组分分解离的影响 [J]. *煤炭学报* 2011, 36(1): 140-144.
Zhao Wei, Zhou Anning, Li Yuangang. The influence of microwave-assisted grinding on coal macerals dissociation [J]. *Journal of China Coal Society* 2011, 36(1): 140-144.
- [9] 朱向楠. 微波预处理对炼焦中煤解离及浮选行为的影响研究 [D]. 徐州: 中国矿业大学, 2014.
Zhu Xiangnan. Study on the influence of microwave pretreatment on the liberation and flotation characteristic of coking middlings [D]. Xuzhou: China University of Mining and Technology 2014.
- [10] 朱向楠, 陶有俊, 何亚群, 等. 微波预处理对炼焦中煤破碎解离特性的影响 [J]. *煤炭学报* 2015, 40(8): 1942-1948.
Zhu Xiangnan, Tao Youjun, He Yaquin, et al. Effect of microwave pretreatment on broken dissociation characteristics of coking middlings [J]. *Journal of China Coal Society* 2015, 40(8): 1942-1948.
- [11] Lester E, Kingman S. The effect of microwave pre-heating on five different coals [J]. *Fuel* 2004, 83(14/15): 1941-1947.
- [12] Ruisanchez E, Arenillas A, Juarez-Perez E J, et al. Pulses of microwave radiation to improve coke grindability [J]. *Fuel* 2012, 102(6): 65-71.
- [13] Shi F. Coal breakage characterisation - Part 2: Multi-component breakage modelling [J]. *Fuel* 2014, 117(1): 1156-1162.
- [14] Kumar P, Sahoo B K, De S, et al. Iron ore grindability improvement by microwave pre-treatment [J]. *Journal of Industrial & Engineering Chemistry* 2010, 16(5): 805-812.
- [15] Whittles D N, Kingman S W, Reddish D J. Application of numerical modelling for prediction of the influence of power density on microwave-assisted breakage [J]. *International Journal of Mineral Processing* 2003, 68(1-4): 71-91.
- [16] Olubambi P A, Potgieter J H, Hwang J Y, et al. Influence of microwave heating on the processing and dissolution behaviour of low-grade complex sulphide ores [J]. *Hydrometallurgy* 2007, 89(1): 127-135.
- [17] Amankwah R K, Khan A U, Pickles C A, et al. Improved grindability and gold liberation by microwave pretreatment of a free-milling gold ore [J]. *Mineral Processing & Extractive Metallurgy IMM Transactions* 2005, 114(1): 30-36.
- [18] Jones D A, Kingman S W, Whittles D N, et al. Understanding microwave assisted breakage [J]. *Minerals Engineering* 2005, 18(7): 659-669.
- [19] Lester E, Kingman S. Effect of microwave heating on the physical and petrographic characteristics of a U.K. Coal [J]. *Energy & Fuels* 2004, 18(1): 140-147.
- [20] Samanli S. A comparison of the results obtained from grinding in a stirred media mill lignite coal samples treated with microwave and untreated samples [J]. *Fuel* 2011, 90(2): 659-664.
- [21] Wang Y, Djordjevic N. Thermal stress FEM analysis of rock with microwave energy [J]. *International Journal of Mineral Processing* 2014, 130(28): 74-81.