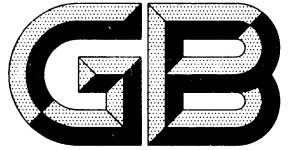


ICS 73.040
D 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 3558—1996

GB/T 3558—1996

煤中氯的测定方法

Determination of chlorine in coal

中华人民共和国
国家标准
煤中氯的测定方法
GB/T 3558—1996

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68522112

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售
版权专有 不得翻印

*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 14 千字

1997年6月第一版 1998年9月第三次印刷

印数 1 601—2 600

*

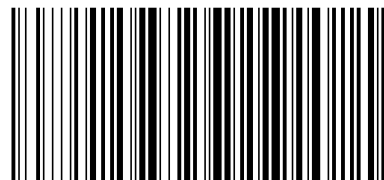
书号: 155066·1-13868 定价 10.00 元

*

标目 312—013

1996-12-19 发布

1997-07-01 实施



GB/T 3558—1996

国家技术监督局 发布

- 3.3.2 瓷坩埚:容量 30~50 mL。
 3.3.3 滴定管:10 mL, A 级。
 3.3.4 磁力搅拌器:转速连续可调。
 3.3.5 单标记移液管:5 mL 和 10 mL。
 3.3.6 分析天平:感量 0.1 mg。

3.4 测定步骤

- 3.4.1 准确称取粒度小于 0.2 mm 的空气干燥煤样 1 g(准到 0.000 2 g),放入内盛 3 g(准到 0.1 g)艾氏卡混合剂(3.2.1)的坩埚中,仔细混匀,再用 2 g 艾氏卡混合剂覆盖,将坩埚送入马弗炉内,半启炉门,使炉温逐渐由室温升到 $680 \pm 20^\circ\text{C}$,并在该温度下加热 3 h。
 3.4.2 将坩埚从马弗炉中取出冷却到室温,坩埚中的灼烧物转入 250 mL 烧杯中,用 50~60 mL 热水冲洗坩埚内壁,将冲洗液倒入烧杯中。
 3.4.3 用倾泻法以定性滤纸过滤,用热水冲洗残渣 1~2 次,然后将残渣移入漏斗中,再用热水仔细冲洗滤纸和残渣,直到无氯离子为止(用 1% 硝酸银溶液检验)。过滤和冲洗残渣过程应控制滤液最后体积约为 110 mL。
 3.4.4 于滤液中加 1 滴酚酞指示剂(3.2.8),用浓硝酸(3.2.2)调至红色消失,再过量 5 mL,用单标记移液管准确加入 5 mL 氯化钠标准溶液(3.2.9)及 10 mL 硝酸银溶液(3.2.5),放置 2~3 min,加入 2~5 mL 正己醇盖上表面皿,把烧杯放在磁力搅拌器上快速搅拌 1 min 后,加入 1 mL 硫酸铁铵溶液(3.2.7),用标准硫氰酸钾溶液(3.2.8)滴定,当溶液由乳白色变成浅橙色,即为终点,记下硫氰酸钾溶液的体积。
 3.4.5 测定每一批煤样,应按(3.4.1~3.4.4)步骤进行两次以上空测定(不加煤样),取其平均值作为空白值。

3.5 测定结果的计算

煤中氯含量按式(2)计算,测定结果修约到小数后第三位。

$$\text{Cl}_{\text{ad}} = \frac{0.03545c(V_2 - V_1)}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(2)$$

式中: Cl_{ad} ——空气干燥基煤样中氯的含量, %;

0.03545——氯的毫摩尔质量, g/m mol;

c ——硫氰酸钾的物质量浓度, m mol/mL;

V_1 ——测定煤样时硫氰酸钾用量, mL;

V_2 ——测定空白时硫氰酸钾溶液用量, mL;

m ——空气干燥煤样质量, g。

3.6 精密度

同 2.7 的规定。

前 言

本标准在 GB 3558—83《煤中氯的测定方法》基础上增加了高温燃烧水解-电位滴定法,同时根据 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第 1 单元:标准的起草与表述规则 第 1 部分:标准编写的基本规定》和 GB 483—87《煤质分析试验方法一般规定》对标准的书写格式,有关术语,计量单位进行了编写。本标准规定的两种方法具有等效作用。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 3558—83。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国煤炭工业部提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准起草单位:煤炭科学研究总院北京煤化学所。

本标准主要起草人:高干亮、邱蔚。

2.3.2.5 指示电极:直径 3 mm 的纯银丝。

2.3.2.6 参比电极:由直径 3 mm 的纯银丝插在含有氯离子(Cl^-)和氯化银沉淀的水溶液中构成。容器要求有避光性能或措施。

2.3.3 分析天平:感量 0.1 mg。

2.4 燃烧水解煤样

2.4.1 仪器准备:

按图 1 所示装配仪器,连接好电路、气路和冷却水。将高温炉升温到 1 100℃。往 1 号吸收瓶加入约 30 mL 蒸馏水,2 号吸收瓶加入约 20 mL 蒸馏水。开通冷凝管冷却水。塞紧进样推棒橡皮塞,调节氧气流量 500 mL/min,检查是否漏气。

2.4.2 高温水解样品:

准确称取空气干燥煤样 0.5 g(准到 0.000 2 g)于瓷舟中,再用适量石英砂铺盖在上面。把瓷舟放入燃烧管,插入进样推棒,塞紧橡皮塞,通入氧气和水蒸汽。把瓷舟前端推到 300℃温度区,在 15 min 内分三段(300℃,600℃,800℃各停留 5 min)把瓷舟推到恒温带(1 100±10℃)并停留 15 min。整个操作过程中应控制水蒸汽发生器水的蒸发量为 2 mL/min。

燃烧-水解完成后,停止通氧气和水蒸汽,取下进样棒,用带钩的镍络丝取出瓷舟。

将吸收瓶内的样品溶液倒入 200 mL 烧杯中,用蒸馏水冲洗吸收瓶及导气管,1 号瓶洗二次,2 号瓶洗一次,洗液直接冲入烧杯内(控制冲洗用水在 15 mL 以内),用蒸馏水定容到 140±10 mL。往烧杯中加入 3 滴溴甲酚绿指示剂(2.2.7),用氢氧化钠溶液(2.2.3)中和到指示剂变为浅蓝色,再加入 0.25 mL 的硫酸溶液(2.2.2),3 mL 硝酸钾溶液(2.2.5),5 mL 标准氯化钠溶液(2.2.8)。

2.5 电位滴定

2.5.1 准备工作:

按图 4 连接滴定装置。将盛有 150 mL 蒸馏水的烧杯放在滴定台上,插入指示电极,用盐桥将此溶液与参比电极相连。将两电极引线与毫伏计测量端连接。放入搅拌子,开动搅拌器。此时毫伏计应显示两电极间的电位差(±mV),否则应检查测量电路连接是否正确。

2.5.2 终点电位标定:

2.5.2.1 空白溶液制备:除不加煤样外,其他条件和 2.4.2 款相同。

2.5.2.2 滴定终点电位标定¹⁾

将盛有空白溶液的烧杯,放在滴定台上,按(2.5.1)规定连接好滴定装置。以 0.03 mL/s 速度滴入预先制作的滴定微分曲线所确定的标定滴定终点电位标准硝酸银滴入量(mL),记下此时电位,作为滴定终点电位。

2.5.3 样品溶液滴定:

将盛有样品溶液的烧杯放在滴定台上,按(2.5.1)规定连接好滴定装置。先以 0.05 mL/s 的速度滴入标准硝酸银溶液(2.2.9),留心观察毫伏计显示的毫伏数,当电位接近标定的终点电位时,以 0.02 mL/s 速度滴定直至到达标定的终点电位。搅拌 1 min 后记下硝酸银加入量及实际终点电位。计算结果时,实际终点电位每偏离标定的终点电位±1 mV,应扣除±0.01 mL 硝酸银的滴入量,但偏离数不能超出±3 mV,否则应再加入 0.50 mL 标准氯化钠溶液(2.2.8)重新滴定。

2.6 测定结果的计算

煤中氯的含量按式(1)计算,测定结果修约到小数后第三位。

$$\text{Cl}_{\text{ad}} = \frac{(V_2 - V_1)c \times 0.03545}{m} \times 100 \dots\dots\dots (1)$$

1) 由于试剂空白原因,标定终点电位的硝酸银溶液滴入量要通过制作滴定微分曲线确定。当第一次测定或更换一种化学试剂时应做一次滴定微分曲线,制作方法见附录 A。

煤中氯的测定方法

代替 GB 3558—83

Determination of chlorine in coal

1 范围

本标准规定了高温燃烧水解煤样-电位滴定和艾氏剂熔样-硫氰酸钾滴定(伏尔哈德法)两种测定煤中总氯量的两种方法要点、试剂、仪器、测定步骤、结果计算和方法的精密度。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

2 方法 A:高温燃烧水解-电位滴定法

2.1 测定原理

煤样在氧气和水蒸气混合气流中燃烧和水解,煤中氯全部转化为氯化物并定量地溶于水中。以银为指示电极,银-氯化银为参比电极,用标准硝酸银电位法直接滴定冷凝液中的氯离子浓度,根据标准硝酸银溶液用量计算煤中氯的含量。

2.2 试剂和材料

2.2.1 石英砂:粒度 0.5~1.0 mm。

2.2.2 硫酸溶液:浓度(1+5)(V+V)。将 20 mL 优级纯浓硫酸(GB 625)倒入 100 mL 蒸馏水中,混匀。

2.2.3 氢氧化钠溶液:10 g/L。

将 1 g 优级纯氢氧化钠(GB 629)溶于 100 mL 水中。

2.2.4 琼脂粉:化学纯。

2.2.5 硝酸钾饱和溶液:将足够量优级纯硝酸钾(GB/T 647)溶于适量水中,继续加入硝酸钾直至不再溶解。

2.2.6 乙醇(GB/T 678):分析纯。

2.2.7 溴甲酚绿指示剂:10 g/L 乙醇溶液。

将 1 g 溴甲酚绿指示剂溶于 100 mL 乙醇中。

2.2.8 标准氯化钠溶液:氯离子浓度 0.20 mg/mL。

准确称取预先在 500~600℃灼烧 1 h 后的优级纯氯化钠(GB/T 1266)0.659 6 g 溶于少量水中,再转入 2 000 mL 容量瓶中,稀释到刻度,摇匀。

2.2.9 标准硝酸银溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.0125 \text{ mol/L}$ 。

准确称取预先在 110℃烘烤 1 h 后的优级纯硝酸银(GB/T 670)2.123 6 g,溶于少量水中,再转入 1 000 mL 棕色容量瓶中,稀释到刻度,摇匀。

2.2.10 瓷舟:长 77 mm,高和宽 10 mm,耐温 1 100℃以上。

2.3 仪器设备

2.3.1 高温燃烧水解装置(见图 1),其中: