

ICS 73.040
D 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 476—2001
代替 GB/T 476—1991

GB/T 476—2001

煤的元素分析方法

Ultimate analysis of coal

(ISO 625 Solid mineral fuels—Determination of carbon and hydrogen—Liebig method, ISO 333 Coal—Determination of nitrogen—Semi-micro Kjeldahl method, eqv)

中华人民共和国
国家标准
煤的元素分析方法
GB/T 476—2001

*

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:68523946 68517548

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

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 22 千字
2002年7月第一版 2002年7月第一次印刷
印数 1—1 500

*

书号: 155066·1-18510 定价 12.00 元

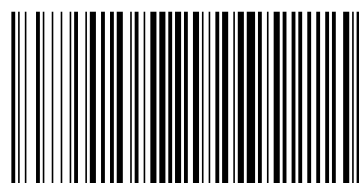
网址 www.bzchs.com

*

科目 608—671

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 476—2001

2001-11-12 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

本标准碳、氢及氮的测定方法对应于 ISO 625《煤和焦炭 碳和氢测定方法 利比西法》(1996 年英文版)和 ISO 333《煤 氮测定方法 半微量开氏法》(1996 年英文版)。本标准与 ISO 625 和 ISO 333 的一致性程度为等效,主要技术差异如下:

——为适应本国具体情况,碳、氢测定使用催化剂,试验装置略有不同,燃烧温度有所提高,增加了氧气流量,缩短了测定时间;

——为适应本国具体情况,氮测定取 0.2 g 试样,试验装置和试剂、材料略有不同;

——按照我国习惯对测定步骤进行较详细的描述,计算公式侧重概念,精密度根据协同试验结果,适当放宽。

本标准代替 GB/T 476—1991《煤的元素分析方法》。

本标准与 GB/T 476—1991 相比,主要变化如下:

——对碳、氢测定用催化剂及试验温度作了技术改变;

——对氮测定中年老无烟煤消化用催化剂作了技术改变。

本标准由中华人民共和国原煤炭工业局提出。

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煤炭分析实验室和云南煤田地质勘探公司 143 队共同起草。

本标准主要起草人:贾 延、王广育。

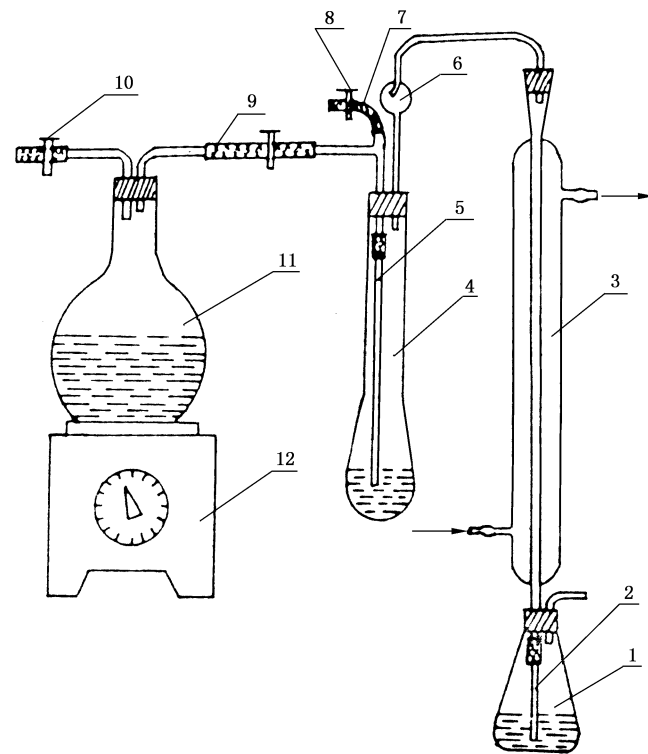
本标准所代替标准的历次版本的发布情况为:

——GB/T 476—1964,GB/T 476—1979,GB/T 476—1991。

4.4 分析步骤

4.4.1 在薄纸上称取粒度小于 0.2 mm 的空气干燥煤样 0.2 g, 称准至 0.000 2 g。把煤样包好, 放入 50 mL 开氏瓶中, 加入混合催化剂 2 g 和浓硫酸(符合 4.2.2 的规定)5 mL。然后将开氏瓶放入铝加热体的孔中, 并用石棉板盖住开氏瓶的球形部分。在瓶口插入一短颈玻璃漏斗, 防止硒粉飞溅。在铝加热体的中心小孔中放热电偶。接通放置铝加热体电炉的电源, 缓缓加热到 350℃ 左右, 保持此温度, 直到溶液清澈透明, 漂浮的黑色颗粒完全消失为止。遇到分解不完全的煤样时, 可将煤样磨细至 0.1 mm 以下, 再按上述方法消化, 但必须加入高锰酸钾或铬酸酐 0.2~0.5 g。分解后如无黑色粒状物, 表示消化完全。

4.4.2 将溶液冷却, 用少量蒸馏水稀释后, 移至 250 mL 开氏瓶中。用蒸馏水充分洗净原开氏瓶中的剩余物, 洗液并入 250 mL 开氏瓶, 使溶液体积约为 100 mL。然后将盛有溶液的开氏瓶放在蒸馏装置上。蒸馏装置见图 7。



1—锥形瓶; 2—玻璃管; 3—直形玻璃冷凝管; 4—开氏瓶; 5—玻璃管; 6—开氏球; 7—橡皮管;
8—夹子; 9、10—橡皮管和夹子; 11—圆底烧瓶; 12—万能电炉

图 7 蒸馏装置

4.4.3 将直形玻璃冷凝管的上端与开氏球连接, 下端用橡皮管与玻璃管相连, 直接插入一个盛有 20 mL 硼酸溶液和 1~2 滴混合指示剂的锥形瓶中, 管端插入溶液并距瓶底约 2 mm。

4.4.4 往开氏瓶中加入 25 mL 混合碱溶液, 然后通入蒸汽进行蒸馏。蒸馏至锥形瓶中溶液体积达到 80 mL 左右为止, 此时硼酸溶液由紫色变成绿色。

4.4.5 拆下开氏瓶并停止供给蒸汽, 取下锥形瓶, 用水冲洗插入硼酸溶液中的玻璃管, 洗液收入锥形瓶中。用硫酸标准溶液(符合 4.2.9 的规定)滴定吸收溶液至溶液由绿色变成钢灰色即为终点。由硫酸用量计算煤中氮的含量。

4.4.6 用 0.2 g 蔗糖代替煤样进行空白试验, 试验步骤与煤样分析相同。

注: 每日在煤样分析前冷凝管须用蒸汽进行冲洗, 待馏出物体积达 100~200 mL 后, 再正式放入煤样进行蒸馏。

4.5 分析结果的计算

空气干燥煤样的氮(N_{ad})的质量分数(%)按式(5)计算:

煤的元素分析方法

1 范围

本标准规定了煤中碳、氢分析的三节炉法、二节炉法以及煤中氮测定的半微量开氏法的方法原理、试剂和材料、装置、试验步骤、结果计算及精密度等, 本标准还规定了煤中氧含量的计算方法。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件, 其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准, 然而, 鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件, 其最新版本适用于本标准。

GB/T 212 煤的工业分析方法(ISO 11722, ISO 1171, ISO 562 eqv)

GB/T 214 煤中全硫的测定方法(ISO 334 eqv)

GB/T 218 煤中碳酸盐二氧化碳含量的测定方法(ISO 925 eqv)

3 碳、氢测定

3.1 方法原理

一定量的煤样在氧气流中燃烧, 生成的水和二氧化碳分别用吸水剂和二氧化碳吸收剂吸收, 由吸收剂的增量计算煤中碳和氢的含量。煤样中硫和氯对碳测定的干扰在三节炉中用铬酸铅和银丝卷消除, 在二节炉中用高锰酸钾热解产物消除。氮对碳测定的干扰用粒状二氧化锰消除。

3.2 试剂和材料

3.2.1 碱石棉: 化学纯, 粒度 1~2 mm; 或碱石灰(HG 3—213): 化学纯, 粒度 0.5~2 mm。

3.2.2 无水氯化钙(HG 3—208): 分析纯, 粒度 2~5 mm; 或无水高氯酸镁: 分析纯, 粒度 1~3 mm。

3.2.3 氧化铜(HG 3—1288): 化学纯, 线状(长约 5 mm)。

3.2.4 铬酸铅(HG 3—1071): 分析纯, 粒度 1~4 mm。

3.2.5 银丝卷: 丝直径约 0.25 mm。

3.2.6 铜丝卷: 丝直径约 0.5 mm。

3.2.7 氧气(GB/T 3863): 99.9%, 不含氢。氧气钢瓶须配有可调节流量的带减压阀的压力表(可使用医用氧气吸入器)。

3.2.8 三氧化钨(HG 10—1129): 分析纯。

3.2.9 粒状二氧化锰: 化学纯, 市售或用硫酸锰(HG 3—1081)和高锰酸钾(GB/T 643)制备。

制法: 称取 25 g 硫酸锰, 溶于 500 mL 蒸馏水中, 另称取 16.4 g 高锰酸钾, 溶于 300 mL 蒸馏水中。两溶液分别加热到 50~60℃。在不断搅拌下将高锰酸钾溶液慢慢注入硫酸锰溶液中, 并加以剧烈搅拌。然后加入 10 mL (1+1) 硫酸(GB/T 625)。将溶液加热到 70~80℃ 并继续搅拌 5 min, 停止加热, 静置 2~3 h。用热蒸馏水以倾泻法洗至中性。将沉淀移至漏斗过滤, 除去水分, 然后放入干燥箱中, 在 150℃ 左右干燥 2~3 h, 得到褐色、疏松状的二氧化锰, 小心破碎和过筛, 取粒度 0.5~2 mm 的备用。

3.2.10 高锰酸钾热解产物: 当使用二节炉时, 需制备高锰酸钾热解产物。制备方法如下: 将 100 g 化学纯高锰酸钾(GB/T 643), 溶于 2 L 蒸馏水中, 煮沸。另取 107.5 g 化学纯硝酸银(GB/T 670)溶于约 50 mL 蒸馏水中, 在不断搅拌下, 缓缓注入沸腾的高锰酸钾溶液中, 搅拌均匀后逐渐冷却并静置过夜。将