

ICS 73.040
D 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 15460—2003
代替 GB/T 15460—1995

GB/T 15460—2003

煤中碳和氢的测定方法 电量-重量法

Determination of carbon and hydrogen in coal
—Coulometric and gravimetric method

中华人民共和国
国家标准
煤中碳和氢的测定方法
电量-重量法
GB/T 15460—2003

*

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

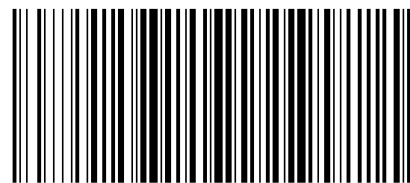
*

开本 880×1230 1/16 印张 3/4 字数 16 千字
2003年10月第一版 2004年3月第三次印刷
印数 2 001—2 100

*

书号: 155066·1-19974 定价 10.00 元
网址 www.bzcbbs.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 15460-2003

2003-07-01 发布

2003-11-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

仪可用,否则需查明原因并纠正后才能进行正式测定。

7 测定步骤

7.1 选定电解电源极性(每天应互换1次),通入氧气并将流量调节约为80 mL/min,接通冷却水,通电升温。

7.2 升温同时,接上吸收二氧化碳U形管(应先将U形管磨口塞开启)和气泡计,使氧气流量保持约80 mL/min,按下电解键(或预处理键)至终点。然后,每隔2 min~3 min按一次电解键(或预处理键)。10 min后取下吸收二氧化碳U形管,关闭所有U形管磨口塞,在天平旁放置10 min左右,称量。然后再与系统相连,重复上述试验,直到两个吸收二氧化碳U形管质量变化不超过0.000 5 g为止。

7.3 将燃烧炉、净化炉和催化炉温度控制在指定温度。将煤样以转瓶法混和均匀,在预先灼烧过的燃烧舟中称取粒度小于0.2 mm的空气干燥煤样(0.070 g~0.075 g),称准至0.000 2 g,并均匀铺平。在煤样上盖一层三氧化钨。如不立即测定,可把燃烧舟暂存入不带干燥剂的密闭容器中。

7.4 接上质量恒定的吸收二氧化碳U形管,保持氧气流量约80 mL/min,启动电解至电解终点。打开带有镍铬丝推棒的橡皮塞,迅速将燃烧舟放入燃烧管入口端,塞上带推棒的橡皮塞,将氢积分值和时间计数器清零。用推棒推动燃烧舟,使其一半进入燃烧炉口。煤样燃烧后(一般30 s),按电解键(或测定键),当煤样燃烧平稳,将全舟推入炉口,停留2 min左右,再将燃烧舟推入高温带并立即拉回推棒(不要让推棒红热部分拉到近橡皮塞处,以免使橡皮塞过热分解)。

7.5 约10 min后(电解达到终点,否则需适当延长延长时间),取下吸收二氧化碳U形管,关闭其磨口塞,在天平旁放置约10 min后称量。第2个吸收二氧化碳U形管质量变化小于0.000 5 g,计算时忽略。记录电量积分器显示的氢的质量(mg)。打开带推棒的橡皮塞,用镍铬丝钩取出燃烧舟,塞上带推棒的橡皮塞。

7.6 空白值的测定

7.6.1 氢空白值的测定可与吸收二氧化碳U形管的恒重试验同时进行,也可在碳氢测定之后进行。

7.6.2 在燃烧炉、净化炉和催化炉达到指定温度后,保持氧气流量约为80 mL/min,启动电解到终点。在一个预先灼烧过的燃烧舟中加入三氧化钨(数量与煤样分析时相当),打开带推棒的橡皮塞,放入燃烧舟,塞紧橡皮塞。将氢积分值和时间计数清零。用推棒直接将燃烧舟推到高温带,立即拉回推棒。按空白键或9 min后按下电解键。到达电解终点后,记录电量积分器显示的氢质量(mg)。重复上述操作,直至相邻两次空白测定值相差不超过0.050 mg,取这两次测定的平均值作为当天氢的空白值。

7.7 对于微计算机控制的测定仪可按照说明书规定的方法操作。

8 结果计算

空气干燥基煤样的碳氢质量分数(%)按公式(1)和公式(2)计算。

$$C_{ad} = \frac{0.2729 m_1}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

$$H_{ad} = \frac{m_2 - m_3}{m \times 1000} \times 100 - 0.1119 M_{ad} \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

C_{ad} ——空气干燥煤样中碳的质量分数,单位为百分数(%);

H_{ad} ——空气干燥煤样中氢的质量分数,单位为百分数(%);

m ——空气干燥煤样质量,单位为克(g);

m_1 ——吸收二氧化碳U形管的增量,单位为克(g);

m_2 ——电量积分器显示的氢值,单位为毫克(mg);

m_3 ——电量积分器显示的氢空白值,单位为毫克(mg);

前 言

本标准代替GB/T 15460—1995《煤中碳和氢的测定方法 电量-重量法》。

本标准与GB/T 15460—1995相比,主要变化为:

——对碳氢测定用催化剂及试验温度作了技术改变(1995版4.8,5.2.1,7.3,7.6.2;本版4.6,5.2.1,7.3,7.6.2)。

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归口。

本标准起草单位:煤炭科学研究总院煤炭分析实验室。

本标准起草人:贾延。

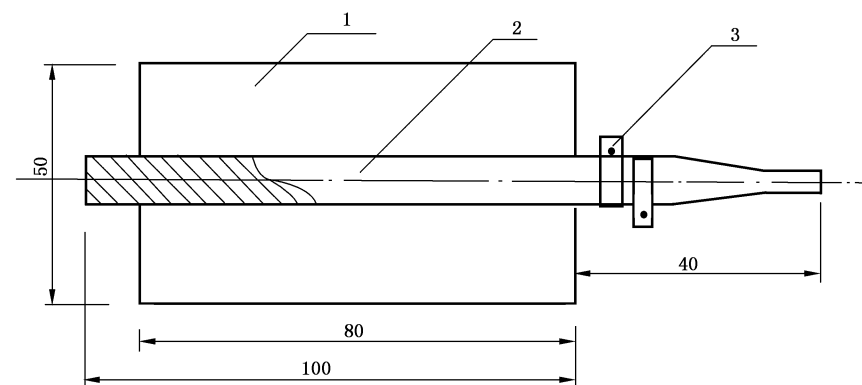
本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

GB/T 15460—1995

- 5.2.5 镍铬丝钩:直径约 2 mm,长约 700 mm,一端弯成小钩。
 5.2.6 硅橡胶管:内径约 5 mm,外径约 9 mm。
 5.2.7 聚氯乙烯软管或聚四氟乙烯管:内径约 6 mm,外径约 8 mm。

5.3 电解池

长约 100 mm,外径约 8 mm,内径约 5 mm 的专用电解池(见图 4),铂丝间距约 0.3 mm,池内表面涂有五氧化二磷。电解池外有外径约 50 mm,内径 9 mm~10 mm,长约 80 mm 的冷却水套。



- 1——冷却水套;
 2——池体;
 3——电极抽头。

图 4 Pt-P₂O₅ 电解池示意图

5.4 电量积分器

电解电流 50 mA~700 mA 范围内积分线性误差小于±0.1%;配有四位数字显示器,数字显示精确到 0.001 mg 氢。

5.5 吸收系统

- 5.5.1 除氮 U 形管:如图 5 所示。直径约 15 mm 的 U 形管,内装粒状二氧化锰,装药部分高 100 mm~120 mm,两端堵以硅酸铝棉。
 5.5.2 吸水 U 形管:如图 5 所示。直径约 15 mm 的 U 形管,内装无水高氯酸镁或无水氯化钙,装药部分高 100 mm~120 mm。
 5.5.3 吸收二氧化碳 U 形管:2 个,如图 5 所示,直径约 15 mm 的 U 形管,4/5 装碱石棉,1/5 装无水高氯酸镁或无水氯化钙,装药部分高 100 mm~120 mm。
 5.5.4 气泡计:容量约 10 mL,内盛硫酸少许。

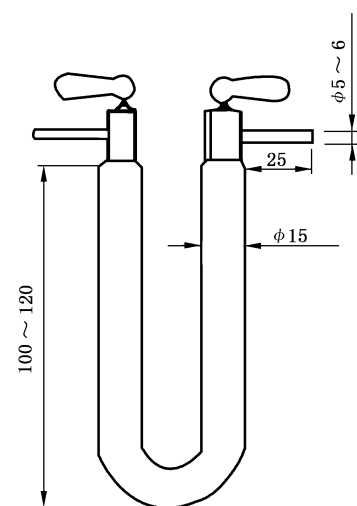


图 5 U 形管示意图

煤中碳和氢的测定方法 电量-重量法

1 范围

本标准规定了用电量法测定煤中氢、用重量法测定煤中碳的方法原理、试剂和材料、仪器设备、测定准备、测定步骤、结果计算及精密度等。

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(GB/T 212—2001, eqv ISO 11722:1999, eqv ISO 1171:1997, eqv ISO 562:1998)

GB/T 218 煤中碳酸盐二氧化碳含量的测定方法(GB/T 218—1996, eqv ISO 925:1997)

3 方法原理

一定量煤样在氧气流中燃烧,生成的水与五氧化二磷反应生成偏磷酸,电解偏磷酸,根据电解所消耗的电量,计算煤中氢含量;生成的二氧化碳以二氧化碳吸收剂吸收,由吸收剂的增量,计算煤中碳含量。煤样燃烧后生成的硫氧化物和氯用高锰酸银热解产物除去,氮氧化物用粒状二氧化锰除去,以消除它们对碳测定的干扰。

4 试剂和材料

- 4.1 碱石棉:化学纯,粒度 1 mm~2 mm;或碱石灰(HG 3-213);化学纯,粒度 0.5 mm~2 mm。
 4.2 无水氯化钙(HG 3-208);粒度 2 mm~5 mm。
 4.3 无水高氯酸镁;粒度 1 mm~3 mm。
 4.4 氧化铜(HG 3-1288);线状(长约 5mm)。
 4.5 氧气(GB 3863):氧气钢瓶需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)。
 4.6 三氧化钨(HG 10-1129)
 4.7 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 643)制备。

制法:称取 25 g 硫酸锰,溶于 500 mL 水中,另称取 16.4 g 高锰酸钾,溶于 300 mL 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。之后加入 10 mL (1+1) 硫酸(GB 625),将溶液加热到 70℃~80℃并继续搅拌 5 min,停止加热,静置 2 h~3 h。用热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 h~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 mm~2 mm 的备用。

4.8 高锰酸银热解产物:制法如下:

称取 100 g 化学纯高锰酸钾(GB 643),溶于 2 L 水中,煮沸。另取 107.5 g 化学纯硝酸银(GB 670)溶于约 50 mL 水中,在不断搅拌下,缓慢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。将生成的紫色晶体用水洗涤数次。在 60℃~80℃下干燥 4 h。然后将晶体一小部分一小部分地放在瓷皿中,在电炉上缓缓加热至骤然分解,得疏松状银灰色产物,装入磨口瓶中备用。

注意:未分解的高锰酸银易受热分解,故不宜大量贮存。