



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 30728—2014

GB/T 30728—2014

## 固体生物质燃料中氮的测定方法

Determination of nitrogen in solid biofuels

中华人民共和国  
国家标准  
固体生物质燃料中氮的测定方法  
GB/T 30728—2014

\*

中国标准出版社出版发行  
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)  
北京市西城区三里河北街16号(100045)  
网址 www.spc.net.cn  
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235  
读者服务部:(010)68523946  
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷  
各地新华书店经销

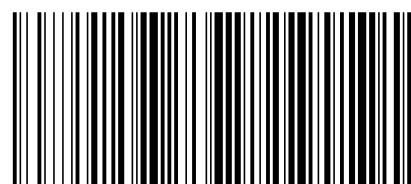
\*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字  
2014年8月第一版 2014年8月第一次印刷

\*

书号: 155066·1-49731 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换  
版权专有 侵权必究  
举报电话:(010)68510107



GB/T 30728-2014

2014-06-09 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局  
中国国家标准化管理委员会 发布

## 6 测定步骤

6.1 在薄纸(擦镜纸或其他纯纤维纸)上称取粒度小于 1 mm 或更小粒度的空气干燥固体生物质燃料试样(0.2±0.01)g(称准至 0.000 2 g)。把试样包好,放入 50 mL 开氏瓶(见 5.1.1)中,加入混合催化剂 2 g(见 4.3)和浓硫酸 5 mL(见 4.4)。然后将开氏瓶放入铝加热体的孔中,并在瓶口插入一短颈玻璃漏斗。在铝加热体的中心小孔中插入热电偶。接通放置铝加热体的圆盘电炉的电源,在不少于 60 min 缓慢加热到 350 ℃左右,加热过程中开氏瓶中试液不喷溅,保持此温度,直到试液清澈透明为止。

6.2 将试液冷却,用少量水稀释后,移至 250 mL 开氏瓶(见 5.2.1)中。用水充分洗净原开氏瓶中的剩余物,洗液并入 250 mL 开氏瓶中,使试液体积约为 100 mL。然后将盛有试液的开氏瓶放在蒸馏装置上。

6.3 将直形玻璃冷凝管的上端与开氏球连接,下端用橡胶管与玻璃管相连,直接插入一个盛有 20 mL 硼酸溶液(见 4.7)和 2~3 滴混合指示剂(见 4.10)的锥形瓶中,管端插入溶液并距瓶底约 2 mm。

6.4 往开氏瓶中加入 25 mL 混合碱溶液(见 4.6),然后通入蒸汽进行蒸馏。蒸馏至锥形瓶中馏出液达到 80 mL 左右为止,此时硼酸溶液由紫色变成绿色。

6.5 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,总体积约 110 mL。

6.6 用硫酸标准溶液(见 4.8)滴定吸收溶液,溶液由绿色变成钢灰色即为终点。记录硫酸标准溶液的用量。

6.7 当天在试样分析前蒸馏装置须用蒸汽进行冲洗空蒸,待馏出物体积达 100 mL~200 mL 后,再正式放入试样进行蒸馏。蒸馏瓶中水的更换应在当天空蒸前进行,否则,应加入刚煮沸过的水。

## 7 空白试验

7.1 更换水、试剂或仪器设备后,应进行空白试验。

7.2 用 0.2 g 蔗糖(见 4.2)代替试样,按第 6 章规定的测定步骤进行试验。

7.3 以硫酸标准溶液滴定体积相差不超过 0.05 mL 的 2 个空白测定平均值作为空白值。

## 8 结果计算

固体生物质燃料中氮的质量分数按式(2)计算:

$$N_{ad} = \frac{c \times (V_1 - V_0) \times M_N}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中:

$N_{ad}$ ——空气干燥基氮的质量分数, %;

$c$  ——硫酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$  ——称取的空气干燥试样的质量,单位为克(g);

$V_1$  ——试样试验时硫酸标准溶液的用量,单位为毫升(mL);

$V_0$  ——空白试验时硫酸标准溶液的用量,单位为毫升(mL);

$M_N$ ——氮的摩尔质量,以 0.014 计,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

测定值和报告值均保留到小数点后两位,其他基准的氮含量按照 GB/T 21923 换算。

## 目 次

前言 .....	III
1 范围 .....	1
2 规范性引用文件 .....	1
3 方法原理 .....	1
4 试剂 .....	1
5 仪器设备 .....	2
6 测定步骤 .....	4
7 空白试验 .....	4
8 结果计算 .....	4
9 方法精密度 .....	5
10 试验报告 .....	5

字。若极差超过 0.000 60 mol/L,再补做 2 次试验,取符合要求的 8 次结果的算术平均值作为硫酸标准溶液的浓度;若任何 8 次结果的极差都超过 0.000 60 mol/L,则舍弃全部结果,并对标定条件和操作技术仔细检查和纠正存在问题后,重新进行标定。

$$c = \frac{m}{MV} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$c$  ——硫酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

$m$  ——称取的碳酸钠的质量,单位为克(g);

$V$  ——硫酸标准溶液用量,单位为毫升(mL);

$M$  ——碳酸钠( $\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3$ )的摩尔质量,以 0.053 计,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

4.9 甲基橙指示剂:1 g/L。0.1 g 甲基橙溶于 100 mL 水中。

4.10 甲基红和亚甲基蓝混合指示剂:称取 0.175 g 甲基红,研细,溶于 50 mL 乙醇(见 4.5)中,存于棕色瓶;称取 0.083 g 亚甲基蓝,研细,溶于 50 mL 乙醇中,存于棕色瓶;使用时将上述两种液体按体积比(1+1)混合。混合指示剂的使用期一般不应超过 7 天。

## 5 仪器设备

### 5.1 消化装置

5.1.1 开氏瓶:容量 50 mL。

5.1.2 短颈玻璃漏斗:直径约 30 mm。

5.1.3 加热体:具有良好的导热性能以保证温度均匀。使用时四周以绝热材料如石棉绳等缠绕。图 1 为铝加热体示意图。

5.1.4 加热炉:带有控温装置,能控温在(350±10)℃。

### 5.2 蒸馏装置(见图 2)

5.2.1 开氏瓶:容量 250 mL。

5.2.2 锥形瓶:容量 250 mL。

5.2.3 直形玻璃冷凝管:冷却部分长约 300 mm。

5.2.4 开氏球:直径约 55 mm。

5.2.5 圆底烧瓶:容量 1 000 mL。

5.2.6 加热电炉:额定功率 1 000 W,功率可调。

### 5.3 微量滴定管

A 级,容积 10 mL,分度值 0.05 mL。

### 5.4 分析天平

最小分度值 0.1 mg。

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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(SAC/TC 42)归口。

本标准起草单位:煤炭科学研究总院检测研究分院。

本标准主要起草人:孙刚、邢秀云、武增礼。