ICS 73.040
D 21

中华人民共和国国家标准

GB/T 1575—2001

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
褐煤的苯萃取物产率测定方法
GB/T 1575—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 1/2 字数 17 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:155066·1-18514 定价 8.00 元
网址 www.bzcbs.com
*
科 目 608—676

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前　言

本标准于1979年参考ISO 975:1975(E)《褐煤和柴煤——苯可溶萃取物产率测定》制定。本次修订增加了半自动萃取仪法,并在试剂"苯"中增加了密度、蒸馏范围的要求,同时增加了苯有毒的"警告",精密度也作了一些修改。

半自动萃取仪法为我国特有的方法,它集萃取-洗涤-蒸发于同一容器中自动进行,可有效地避免操作人员受苯毒害,同时简化了测定手续,提高测定结果精密度。

1985年半自动萃取仪法被推荐给国际标准化组织(ISO)以代替ISO 975:1985《褐煤和柴煤——苯可溶萃取物产率测定》并被接受和列入ISO标准化计划,2000年5月进入FDIS(国际标准最后草案)阶段。

本标准的全部技术内容与ISO/FDI 975:2000(E)《褐煤和柴煤——苯可溶萃取物产率测定——半自动萃取仪法》等同。

本标准从生效之日起代替GB/T 1575—1987。

本标准由原国家煤炭工业局提出。

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起草。

本标准主要起草人:段云龙、郝玉峤、王　敏。

本标准于1979年首次发布,1987年3月第一次修订。

本标准委托煤炭科学研究总院煤炭分析实验室负责解释。

中华人民共和国国家标准

褐煤的苯萃取物产率测定方法

GB/T 1575—2001

代替 GB/T 1575—1987

Determination of yield of benzene-soluble extract in brown coal

1 范围

本标准规定了褐煤的苯萃取物产率测定的半自动萃取仪法和锥形瓶萃取器法，后者为仲裁方法。

本标准适用于褐煤。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时，所示版本均为有效。所有标准都会被修订，使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 212—2001 煤的工业分析方法(eqv ISO 11722:1999，eqv ISO 1171:1997，eqv ISO 562:1998)

3 方法提要

将煤样置于萃取器中用苯萃取，然后将溶剂蒸除并将萃取物干燥至质量恒定。根据干燥萃取物的质量，计算出褐煤的苯萃取物产率。

4 材料和试剂

4.1 滤纸筒：ϕ25 mm×80 mm，纤维素或其他材料制成，市场购买或按下述方法制做：

将中速 102 号定性滤纸裁成 75 mm×75 mm 和 25 mm×25 mm 的方块。先取一张大的，用蒸馏水润湿后松紧适度地裹在一直径 25 mm、底部带一小孔的圆底试管侧壁，再取一张小的，以蒸馏水润湿后裹在试管底部。如此交替地在试管上裹上三张大的、两张小的滤纸块，然后从试管口轻轻吹下成型滤纸筒，放在空气中或 100 ℃的干燥箱中干燥备用。

4.2 苯(GB/T 690)：分析纯，ρ=0.876 g/mL，蒸馏范围 80～81 ℃，至少 95%被蒸出。

警告：苯为可燃物质，吸入和被皮肤吸收都对人体有害。试验必须在通风柜中进行。

5 仪器、设备

5.1 干燥箱：能控温在 105～110 ℃范围内，带鼓风装置的普通空气干燥箱或能控制温度在(80±2) ℃，压力在 50 kPa 的真空干燥箱。

5.2 分析天平：感量 0.1 mg。

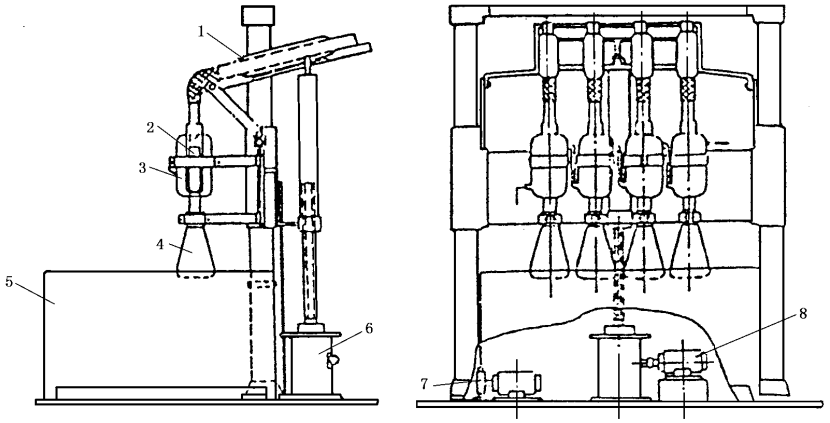
5.3 干燥器：带干燥剂。

6 半自动萃取仪法

6.1 专用仪器——半自动萃取仪

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 2001-11-12 批准　　2002-08-01 实施

该仪器主要由连续萃取-蒸发装置和控制器两部分组成。连续萃取-蒸发装置结构如图1所示。它主要包括100 mL锥形瓶、萃取室和冷凝器三部分。萃取室长180 mm、内径30 mm。它有一水套，水浴中热水可循环经过水套，以保持萃取室有较高的温度。



1—冷凝器；2—滤纸筒；3—萃取室；4—锥形瓶；5—水浴；6—升降系统；7—水泵；8—电机

图1 半自动萃取仪

6.2 测定步骤

6.2.1 仪器预调节

6.2.1.1 萃取温度调节

称取约2 g煤样置于一滤纸筒(4.1)中，然后将滤纸筒放入半自动萃取仪(6.1)的萃取室，在锥形瓶中加60～70 mL苯(4.2)，再将它接到萃取室上。接通电源，按下程序开关，则连续萃取-蒸发装置自动下降、锥形瓶浸入水浴，同时水浴开始加热。当冷凝的苯开始从冷凝器滴下时，调节水浴温度，使苯液下滴速度维持在4～5 mL/min，且使滤纸筒中苯液随时没过煤样。记下此温度并将温度控制器位置固定。该温度应随环境温度和气压变化而随时调节。

6.2.1.2 萃取、洗涤和蒸发时间选择

萃取、洗涤和蒸发时间一般可分别选择为180 min、10 min和50 min。它们由相应的记时器控制。如煤样的苯萃取物多或者气压过低等，应重新选定萃取时间，以保证萃取完全。萃取完全以从萃取室滴下的苯液无色为准。

6.2.2 测定手续

称取混合均匀的一般分析煤样2 g(称准到0.000 2 g)，放入滤纸筒中，在纸筒顶部放一团脱脂棉并使其边缘尽量贴紧纸筒。

将带煤样滤纸筒放入萃取室。

在一预先干燥至质量恒定并称量过的锥形瓶中，加60～70 mL苯。

将半自动萃取仪(6.1)各部分连接好。

接通电源，按下程序开关，仪器即按以下预先设置的程序自动进行萃取-洗涤-蒸发：

萃取-蒸发装置下降至锥形瓶浸入水浴至预定位置，冷凝器倾斜到苯液可回滴至萃取室的状态，同时水浴开始加热。

当温度升至预先设置的萃取温度时，泵启动，水浴中热水进入萃取室夹套，并在两者间循环，锥形瓶中的苯蒸发至冷凝器，并在那里冷凝后回滴到萃取室的滤纸筒中，萃取开始。

180 min(或其他设置时间)后，泵停，萃取结束。萃取室因夹套中热水流回水浴而温度降低，苯蒸气在此凝结并将粘着在萃取室内壁的萃取物洗入锥形瓶，洗涤开始。

约 10 min 后，洗涤停止，冷凝器进一步倾斜到苯液可流出测定系统、进入回收容器的状态，泵再次启动，热水进入萃取室夹套，苯蒸气在冷凝器中凝结并流入接收器，蒸发开始。

约 50 min 后，蒸发结束，萃取-蒸发系统上升至原来位置。

取下带萃取物的锥形瓶，放入温度为 105～110 ℃的空气干燥箱或温度为(80±2) ℃、压力为 50 kPa 的真空干燥箱(5.1)中干燥至质量恒定。

注：一般第一次干燥 1.5 h，以后进行检查性干燥，每次 30 min，当连续两次干燥间的质量差小于 0.001 g 时，即为达到质量恒定。

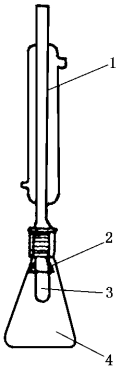
7 锥形瓶萃取器法

7.1 专用仪器

7.1.1 锥形瓶萃取器(图 2)：由两部分组成：

底瓶：500 mL 磨口锥形瓶，瓶口直径 28～30 mm。

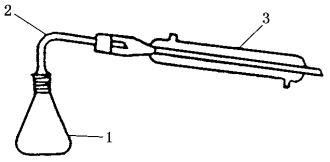
球形或直形回流冷凝管：末端磨口与锥形瓶口配合，并带两个对称的小孔，水套长度至少 300 mm。



1—冷凝管；2—金属钩；3—滤纸筒；4—底瓶

图 2 锥形瓶萃取器

7.1.2 蒸馏器(图 3)，它由 150 mL 锥形瓶、直形冷凝器和弯头组成，接合部分以磨口配合。



1—锥形瓶；2—弯头；3—冷凝管

图 3 蒸馏器

7.1.3 恒温水浴：恒温控制准确到±2 ℃。

7.2 测定步骤

称取混合均匀的一般分析煤样 3 g(称准到 0.000 2 g)，放入滤纸筒(4.1)中，煤样上盖一块脱脂棉。将带煤样的滤纸筒用不锈钢金属丝挂在萃取器(7.1.1)冷凝管末端。

往萃取器底瓶中加入 70 mL 苯。

把底瓶和冷凝管连接好。

将底瓶放入恒温水浴(7.1.3)中，加热萃取 3 h(时间由第一滴苯液从冷凝管末端滴下时算起)[1]。如

1) 为使萃取尽可能在 3 h 内完成，在萃取过程中一般宜控制水浴温度，使苯从冷凝管末端滴下的速度为 4～5 mL/min，并使滤纸筒中的苯液随时淹没煤样。

滤纸筒中滴下的苯液仍有颜色，则应继续萃取到无色为止。

萃取结束后，取下底瓶，将萃取液趁热小心转移到预先干燥至质量恒定的蒸馏锥形瓶中，并用少量热苯洗涤底瓶 3 次，洗液并入锥形瓶（如此时发现萃取液中有煤粉，则试验作废）。

将锥形瓶连接在蒸馏器（7.1.2）上，于水浴上蒸发至近干。取下锥形瓶，放入温度为 105～110 ℃的空气干燥箱或温度为（80±2）℃，压力为 50 kPa 的真空干燥箱（5.1）中干燥至质量恒定（见 6.2.2 注）。

8 结果计算和报告

8.1 结果计算

褐煤的苯萃取物产率按（1）式计算：

$$E_{B,ad} = \frac{m_2}{m_1} \times 100 \qquad \cdots\cdots(1)$$

式中：$E_{B,ad}$——褐煤的空气干燥基苯萃取物产率，%；

m_1——煤样质量，g；

m_2——干燥的萃取物质量，g。

8.2 结果报告

褐煤的苯萃取物产率测定结果按（2）式换算成干基并修约到小数后第 2 位报出：

$$E_{B,d} = \frac{100}{100 - M_{ad}} \cdot E_{B,ad} \qquad \cdots\cdots(2)$$

式中：$E_{B,d}$——褐煤的干基苯萃取物产率，%；

M_{ad}——按 GB/T 212 测定的一般分析煤样水分，%。

9 精密度

褐煤的苯萃取物产率测定结果的精密度如表 1 规定：

表 1 褐煤的苯萃取物产率测定结果精密度

E_B(m/m) %	重复性限 $E_{B,ad}$	再现性临界差 $E_{B,d}$
<5	0.30%（绝对）	0.50%（绝对）
≥5～≤10	0.50%（绝对）	0.70%（绝对）
>10	5%（相对）	7%（相对）

9.1 重复性限

在同一试验室中，由同一操作者，用同一仪器、对同一分析试样的代表性部分，于短时间内所做的不同次重复测定结果间相差不超过表 1 规定值。

9.2 再现性临界差

在不同试验室中，对从试样缩制最后阶段的同一试样中分取出来的、具有代表性的部分所做的重复测定结果的平均值间，相差不得超过表 1 规定值。

版权专有 侵权必究

*

书号：155066・1-18514

定价： 8.00 元

*

科 目 608—676