

煤炭产运销质量检测验收 与选煤技术标准 实用手册

◎ 主编 程庆辉 ◎

MEITANCHANYUNXIAOZHULIANGJIANCEYANSHOU

YUXUANMEIJISHUBIAOZHUNSHIYONGSHOUCE

煤炭产运销质量检测验收与选煤 技术标准实用手册

主编 程庆辉

第
三
卷

2003·北京

煤中各种形态硫的测定方法

GB/T 215—1996

(1996年6月14日批准 1997年2月1日实施)

本标准等效采用国际标准 ISO 157—1975《煤中各种形态硫的测定方法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了煤中硫酸盐硫、硫化铁硫测定用的试剂、仪器设备、测定步骤、结果表达及精密度和有机硫的计算方法。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

2 引用标准

GB 214 煤中全硫的测定方法

3 硫酸盐硫的测定

3.1 方法提要

用稀盐酸煮沸煤样,浸出煤中硫酸盐并使其成硫酸钡沉淀,根据硫酸钡的质量,计算煤中硫酸盐硫含量。

3.2 试剂

所用的水均为实验室用三级水(GB 6682)。

3.2.1 盐酸:3%(V/V),取 3mL 浓盐酸(GB/T 622)加水 97mL 混匀,备用。

3.2.2 盐酸: $c(\text{HCl})=5\text{mol/L}$,取 417mL 浓盐酸加水稀释至 1 000mL 摇匀备用。

3.2.3 氨水(GB/T 631):1+1(V+V)。

3.2.4 氯化钡:100g/L,称取化学纯氯化钡(GB/T 625)10g,溶于 100mL 水中。

3.2.5 过氧化氢(GB/T 6684):含量 30%。

3.2.6 硫氰酸钾:20g/L,称取 2g 硫氰酸钾(GB/T 648)溶于 100mL 水中。

3.2.7 硝酸银:10g/L,称取 1g 硝酸银(GB/T 670)溶于 100mL 水中,并加入数滴硝酸(GB/T 626),贮于深色瓶中。

3.2.8 乙醇(GB/T 679):95%以上。

3.2.9 甲基橙:2g/L,称取 0.2g 甲基橙溶于 100mL 水中。

3.3 仪器设备

3.3.1 分析天平:感量 0.000 1g。

3.3.2 马弗炉:能升温到 900℃并可调节温度,通风良好。

3.3.3 电热板或砂浴:温度可调。

3.3.4 烧杯:250~300mL。

3.3.5 表面皿,直径 100mm。

3.4 测定步骤

3.4.1 准确称取粒度小于0.2mm空气干燥煤样 $1 \pm 0.1\text{g}$ (称准到0.0002g) 放入250mL烧杯中,加入0.5~1mL乙醇(3.2.8)润湿,然后加入盐酸(3.2.2)50mL,盖上表面皿,摇匀,在电热板上加热,煮沸30min。

3.4.2 稍冷后,先用倾泻法通过致密的慢速定性滤纸过滤,用热水冲洗煤样数次,然后将煤样全部转移到滤纸上,并用热水洗到无铁离子为止〔用硫氰酸钾溶液(3.2.6)检查〕。过滤时如有煤粉穿过滤纸,则需重新过滤(如滤液呈黄色,需加入约0.1g铝粉或锌粉,微热使黄色消失后再过滤,用水洗到无氯离子为止)。过滤毕,将煤样与滤纸一起叠好后放入原烧杯中,供测定硫化铁硫用。

3.4.3 向滤液中加2~3滴甲基橙指示剂(3.2.9),用氨水(3.2.3)中和至微碱性(溶液呈黄色)再加盐酸(3.2.2)调至溶液成微酸性(溶液呈红色),过量2mL,加热到沸腾,在不断搅拌下滴加10%氯化钡溶液(3.2.4)10mL,放在电热板上或砂盘上煮沸2h或放置过夜,最后保持溶液体积在200mL左右。

3.4.4 用致密慢速定量滤纸过滤,并用热水洗到无氯离子为止,用硝酸银溶液(3.2.7)检验。

3.4.5 将沉淀物连同滤纸移入已知质量的瓷坩埚中,先在低温下灰化滤纸,然后在温度800~850℃马弗炉中灼烧40min。取出坩埚,在空气中稍稍冷却后,放入干燥器中冷却至室温,称量。

3.4.6 对每一批试剂应按3.4.1~3.4.5条步骤进行空白测定,取二次测定值的算术平均值作为空白值。

3.5 结果计算

测定结果按式(1)计算:

$$S_{s,ad} = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.1374}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中: $S_{s,ad}$ ——空气干燥煤样中硫酸盐硫含量, %;

m_1 ——测定煤样的硫酸钡质量, g;

m_2 ——空白测定的硫酸钡质量, g;

0.1374——由硫酸钡换算为硫的系数;

m ——煤样质量, g。

3.6 硫酸盐硫测定的精密度

硫酸盐硫测定的重复性和再现性如表1规定:

表1

重复性 $S_{s,ad}$, %	再现性 $S_{s,ad}$, %
0.03	0.10

4 硫化铁硫的测定

4.1 方法A——氧化法

4.1.1 方法提要

用稀盐酸浸出煤中非硫铁矿铁,浸出后的煤样用稀硝酸溶解,以重铬酸钾滴定硝酸浸出液中的铁,再以铁的质量计算煤中硫化铁硫含量。

4.1.2 试剂

所用的水均为实验室用三级水(GB6682)。

4.1.2.1 硝酸(GB/T 626):1+7(V+V)。

4.1.2.2 氨水(GB/T 631):1+1(V+V)。

4.1.2.3 过氧化氢(GB/T 6684):含量30%。

4.1.2.4 盐酸: $c(\text{HCl})=5\text{mol/L}$ (配制见3.2.2)。

4.1.2.5 硫酸-磷酸混合液:

取150mL硫酸(GB 625)(相对密度1.84)和150mL磷酸(GB/T 1282)小心混合,将此混合液倒入700mL水中,混匀,备用。

4.1.2.6 氯化亚锡溶液:100g/L。

称取10g氯化亚锡(GB/T 638)溶于50mL浓盐酸(GB/T 622)中,加水稀释到100mL(用时现配)。

4.1.2.7 氯化汞饱和溶液:

称取80g氯化汞(HG/T 3-1068)溶于1000mL水中。

4.1.2.8 重铬酸钾标准溶液: $c(1/6\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7)=0.05\text{mol/L}$ 。

准确称取预先在130℃下干燥至质量恒定的优级纯重铬酸钾(GB/T 642)2.4518g溶于少量水中。溶液移入1000mL容量瓶,用水稀释至刻度。

4.1.2.9 二苯胺磺酸钠指示剂:2g/L。

称取0.2g二苯胺磺酸钠溶于100mL水中,贮于深色瓶中备用。

4.1.3 仪器设备

4.1.3.1 干燥箱:能保持温度 $150\pm 5^\circ\text{C}$ 。

4.1.3.2 表面皿,直径100mm。

4.1.3.3 烧杯:容量250~300mL。

4.1.4 测定步骤

4.1.4.1 在盐酸浸取过的煤样(3.4.2)中,加入(1+7)硝酸(4.1.2.1)50mL,盖上表面皿,煮沸30min,用水冲洗表面皿,用致密的慢速定性滤纸过滤,并用热水洗到无铁离子为止,用硫氰酸钾溶液(3.2.6)检验。

4.1.4.2 在滤液中加入2mL过氧化氢(4.1.2.3),煮沸约5min,以消除由于煤分解而产生的颜色(对于煤化程度低的煤种,可多加过氧化氢直至棕色消失)。

4.1.4.3 于煮沸的溶液中加入(1+1)氨水(4.1.2.2)至出现氢氧化铁沉淀,待沉淀完全时,再加2mL。将溶液煮沸,用快速定性滤纸过滤、用热水中洗沉淀和烧杯壁1~2次。穿破滤纸,用热水把沉淀洗到原烧杯中,并用10mL盐酸(4.1.2.4)冲洗滤纸四周,以溶下滤纸上痕量铁,再用热水洗涤滤纸数次至无铁离子为止,用硫氰酸钾溶液(3.2.6)检验。

4.1.4.4 盖上表面皿,将溶液加热到沸腾(溶液体积约20~30mL),在不断搅拌下,滴加氯化亚锡溶液(4.1.2.6),直到黄色消失并多加2滴,迅速冷却后,用水冲洗表面皿和杯

壁,加 10mL 氯化汞饱和溶液(4.1.2.7),此时将形成丝状的氯化亚汞沉淀。放置片刻,用水稀释到 100mL,加入 150mL 硫酸-磷酸混合液(4.1.2.5)和 5 滴二苯胺磺酸钠指示剂(4.1.2.9),用重铬酸钾标准溶液(4.1.2.8)滴定,直到溶液呈稳定的紫色,记下消耗的标准溶液的体积。

4.1.4.5 对每批试剂按 4.1.4.1~4.1.4.4 步骤进行空白测定,取二次测定值的算术平均值作为空白值。

4.1.5 结果计算

测定结果按式(2)计算:

$$S_{p,ad} = \frac{(V_1 - V_0) \cdot c}{m} \times 0.05585 \times 1.148 \times 100 \quad (2)$$

式中: $S_{p,ad}$ ——空气干燥煤样中硫化铁硫含量, %;

V_1 ——煤样测定时重铬酸钾标准溶液用量, mL;

V_0 ——空白测定时重铬酸钾标准溶液用量, mL;

c ——重铬酸钾标准溶液的浓度 [$c(1/6K_2Cr_2O_7) = 0.05mol/L$];

0.05585——铁的摩尔质量, g/mol;

1.148——由铁换算成硫的因数;

m ——煤样质量, g。

4.2 方法 B——原子吸收分光光度法

4.2.1 方法提要

用稀盐酸浸出非硫铁矿铁后的煤样用稀硝酸浸取,以原子吸收分光光度法测定硝酸浸出硫化铁的铁,再以铁的质量计算煤中硫化铁硫的含量。

4.2.2 试剂

所用水均为实验室三级用水(GB 6682)。

4.2.2.1 硝酸(GB/T 626):(1+7)和(1+1)($V+V$)两种。

4.2.2.2 铁标准储备溶液:1mg/mL。称取 1.000 0g 高纯铁(99.99%)于 300mL 烧杯中,加(1+1)硝酸 50mL,置于电热板上加热缓缓溶解完全,然后冷至室温移入 1 000mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀转入塑料瓶中。

4.2.2.3 铁标准工作溶液:200/ $\mu g/mL$ 。

准确吸取铁标准储备溶液(4.2.2.2)100mL 于 500mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀转入塑料瓶中。

4.2.3 仪器设备

4.2.3.1 原子吸收分光光度计。

4.2.3.2 光源:铁元素空心阴极灯。

4.2.3.3 电热板:温度可调。

4.2.3.4 容量瓶:容量 200mL 和 100mL。

4.2.3.5 烧杯:容量 250~300mL。

4.2.3.6 表面皿:直径 100mm。

4.2.4 测定步骤

4.2.4.1 样品母液的制备

在盐酸浸取过的煤样(3.4.2)中加入(1+7)硝酸 50mL, 盖上表面皿, 置于电热板上加热煮沸 30min 后, 用致密慢速定性滤纸过滤于 200mL 容量瓶中, 用热水洗到无铁离子为止〔用硫氰酸钾溶液(3.2.6)检查〕, 冷至室温后加水至刻度, 摇匀。

4.2.4.2 待测样品溶液的制备

从上述母液中准确吸取 5mL 于 100mL 容量瓶中, 加(1+1)硝酸 2mL, 加水稀释至刻度, 摇匀。

4.2.4.3 标准系列溶液配制

吸取铁标准工作溶液(4.2.2.3)0, 0.5, 1.0, 1.5, 2.0, 2.5, 3.0, 3.5, 4.0, 4.5, 5.0mL 分别置于 100mL 容量瓶中, 加(1+1)硝酸(4.2.2.6)2mL, 加水稀释至刻度, 摇匀。此标准系列的铁的浓度为 0~10 $\mu\text{g/mL}$ 。^①

4.2.4.4 仪器工作条件的确定

除表 2 所规定的铁的分析线波长和所使用的火焰气体外, 仪器的其他参数——灯电流、通带宽度、燃烧器高度、助燃比等应调至所使用仪器的最佳值。

表 2

元素	分析线波长	火焰气体
Fe	248.3nm	空气-乙炔

4.2.4.5 铁的测定

a. 按确定的仪器工作条件, 分别测定样品溶液(4.2.4.2)和标准系列溶液(4.2.4.3)的吸光度。

b. 以标准系列中铁的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标, 以相应溶液的吸光度为纵坐标, 绘制铁的工作曲线。

c. 根据样品溶液的吸光度, 从工作曲线上查出铁的浓度。

4.2.5 结果计算。

硫化铁硫的含量按式(3)和式(4)计算:

$$S_{p,ad} = \frac{c}{c_1} \times 100 \times 1.148 \quad (3)$$

式中: $S_{p,ad}$ ——空气干燥煤样中硫化铁硫含量, %;

c ——在工作曲线上查得的铁的浓度, $\mu\text{g/mL}$;

c_1 ——待测样品溶液中样品的浓度 $\mu\text{g/mL}$;

1.148——由铁换算成硫化铁硫的因数。

$$c_1 = m \cdot V \times 50 \quad (4)$$

式中: m ——样品质量, g;

① 标准系列的间隔可根据所用仪器的性能和工作曲线线性关系增大或减小。

V——分取的样品溶液体积, mL。

4.3 精密度

硫化铁硫测定的重复性和再现性如表 3 规定。

表 3

硫化铁硫含量 $S_p, \%$	重复性 $S_{p,ad}, \%$	再现性 $S_{p,d}, \%$
<1	0.05	0.10
1~4	0.10	0.30
>4	0.20	0.50

5 有机硫的计算

$$S_{o,ad} = S_{t,ad} - (S_{s,ad} + S_{p,ad}) \quad (5)$$

式中: $S_{o,ad}$ ——空气干燥煤样中有机硫含量, %;

$S_{t,ad}$ ——空气干燥煤样中全硫含量(按 GB214 的规定测定), %;

$S_{s,ad}$ ——空气干燥煤样中硫酸盐硫含量, %;

$S_{p,ad}$ ——空气干燥煤样中硫化铁硫含量, %。

煤中磷的测定方法

GB/T 216—1996

1996年6月14日批准 1997年2月1日实施

本标准等效采用 ISO 622:1981《固体矿物燃料——磷含量的测定——还原磷钼酸光度法》。

1 主题内容与适用范围

本标准规定了两种煤中磷测定方法的试剂、仪器设备、测定步骤、结果表达及精密度,其中 A 法为仲裁法。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

2 引用标准

GB 212 煤的工业分析方法

3 方法要点

将煤样灰化后用氢氟酸—碳酸分解、脱除二氧化硅,然后加入钼酸铵和抗坏血酸,生成磷钼蓝后进行比色测定。

4 试剂

4.1 氢氟酸(GB/T 620):40%(m/m)以上。

4.2 硫酸: $c(1/2H_2SO_4)=10\text{mol/L}$,量取浓硫酸(GB/T 625)278mL 缓慢加入水中,边加边搅拌,然后用水稀释至 1000mL。

4.3 硫酸: $c(1/2H_2SO_4)=7.2\text{mol/L}$,量取浓硫酸 200mL,缓慢加入水中,边加边搅拌,然后用水稀释至 1 000mL。

4.4 钼酸铵—硫酸溶液:将 17.2g 钼酸铵(GB/T 657)溶解在硫酸(4.3)中,并用该酸稀释至 1 000mL。

4.5 抗坏血酸溶液:称取抗坏血酸 5g,溶于 100mL 水中,现用现配。

4.6 酒石酸锑钾溶液:称取酒石酸锑钾 0.34g 溶于 250mL 水中。

4.7 混合溶液:往 35mL 钼酸铵—硫酸溶液(4.4)中加 10mL 抗坏血酸溶液(4.5)及 5mL 酒石酸锑钾溶液(4.6),混匀,使用时配制。

4.8 磷标准贮备溶液(0.1mg/mL):准确称取在 110°C 下干燥 1h 的优级纯磷酸二氢钾(GB/T 1274)0.439 2g 溶于水中,并用水稀释至 1 000mL。

4.9 磷标准工作溶液(0.01mg/mL):取 10.0mL 磷标准贮备溶液(4.8)用水稀释至 100mL,使用时配制。

5 仪器设备

5.1 分析天平:感量 0.0001g 。

5.2 马弗炉:带有调温和通风装置,能保持 $815 \pm 10^\circ\text{C}$ 。

5.3 分光光度计或光电比色计。

5.4 铂或聚四氟乙烯坩埚:容量为 25~30mL。

5.5 容量瓶:50,100 和 1000mL。

5.6 电热板:能控温在 $150 \sim 400^\circ\text{C}$ 。

6 测定方法

6.1 A 法

6.1.1 试样:

6.1.1.1 煤样灰化:按 GB 212 中规定的慢速法灰化煤样,然后研细到手摸无颗粒感。

6.1.1.2 灰的酸解:准确称取灰样 $0.05 \sim 0.1\text{g}$ (称准至 0.0002g) 于聚四氟乙烯(或铂)坩埚中,加硫酸(4.2)2mL,氢氟酸(4.1)5mL,放在电热板上加热蒸发(温度约 150°C)直到氢氟酸白烟冒尽。冷却,再加硫酸(4.2)0.5mL,升高温度继续加热蒸发,直至冒硫酸白烟(但不要干涸)。冷却,加数滴冷水并摇动,然后再加 20mL 热水,继续加热至近沸。用水将坩埚内容物洗入 100mL 容量瓶中并将坩埚洗净,冷至室温,用水稀释至刻度,混匀,澄清后备用。

6.1.2 空白溶液的制备:同 6.1.1.2,但不加灰样。

6.1.3 测定步骤:

6.1.3.1 工作曲线的绘制。

分别吸取磷标准工作溶液(4.9)0,0.5,1.0,2.0,3.0mL 于 50mL 容量瓶中,加入混合溶液(4.7)5mL,用水稀释至刻度,混匀,于室温(高于 10°C)下放置 1h,然后移入 10~30mm 的比色皿内。在分光光度计(或比色计)上,用波长 650nm(或相当于 650nm 的滤光片),以水作参比,测其吸光度。以磷含量为横坐标,吸光度为纵坐标绘制工作曲线。

6.1.3.2 比色测定:

吸取酸解后的澄清溶液(6.1.1.2)10mL^① 和空白溶液(6.1.2)10mL 分别加入 50mL 容量瓶中。以下按 6.1.3.1 规定进行,但以空白溶液为参比,测定吸光度。

6.1.4 结果计算:

$$P_{\text{ad}} = \frac{m_1}{10m \cdot V} A_{\text{ad}} \quad (1)$$

式中: P_{ad} ——空气干燥煤样中磷含量, %;

m_1 ——从工作曲线上查得所分取试液的磷含量, mg;

V ——从试样总溶液体积(100mL)中所分取的试液体积, mL;

m ——空气干燥煤样质量, g;

A_{ad} ——空气干燥煤样灰分, %。

6.2 B 法

^① 视试样总溶液中磷含量而定,若分取的 10mL 试液中磷超过 0.030mg/mL ,应少取溶液或减少称样量,计算时作相应的校正。

6.2.1 试样:

6.2.1.1 煤样灰化:准确称取粒度小于 0.2mm 的空气干燥煤样 1~0.5g(使其灰量在 0.05~0.1g 左右),称准至 0.000 2g。将煤样移入于灰皿中并轻轻摇动使其铺平,然后置于马弗炉中,半启炉门从室温缓慢升温到 $815 \pm 10^\circ\text{C}$,并在该温度下灼烧 1h,取出冷却。

6.2.1.2 灰的酸解:将灰样(6.2.1.1)全部移入聚四氟乙烯或铂坩埚中,按 6.1.1.2 规定进行酸解。

6.2.2 空白溶液配制:同 6.1.2 条。

6.2.3 测定步骤:同 6.1.3 条。

6.2.4 结果计算:

$$P_{ad} = \frac{10m_1}{m \cdot V} \quad (2)$$

式中: P_{ad} ——空气干燥煤样中磷含量,%;

m_1 ——从工作曲线上查得所分取试液的磷含量,mg;

V ——从试样总溶液体积(100mL)中所分取的试液体积,mL;

m ——空气干燥煤样质量,g。

7 精密度

磷测定的重复性和再现性如下表规定。

磷含量范围 P, %	重复性 P_{ad} , %	再现性 P_d , %
<0.02	0.002(绝对)	0.004(绝对)
≥ 0.02	10%(相对)	20%(相对)

附录 A 盐酸—高氯酸分解灰样法

(参考件)

A1 试剂

A1.1 盐酸(GB/T 622):相对密度 1.18,含量 36%~38%。

A1.2 高氯酸(GB/T 623):相对密度 1.75,含量 70.0%~72.0%。

A1.3 其他试剂同本标准 4.3~4.9。

A2 试样

A2.1 试样灰化:同本标准 6.1.1.1 或 6.2.1.1。

A2.2 灰的酸解:将 A2.1 的灰样移入 50mL 的烧杯中,加浓盐酸 5mL 和高氯酸 2mL,盖上表面皿,煮沸 15min,打开盖并继续加热蒸发,直到冒大量高氯酸白烟。取下稍冷,加 20mL 热水并热至近沸,用滤纸过滤到 100mL 容量瓶中,并用热水洗滤纸 3~4 次,冷至室温,用水稀释至刻度,混匀备用。

A2.3 空白溶液的制备:同 A2.2 条,只是不加试样。

A3 测定步骤

A3.1 工作曲线的绘制

同本标准 6.1.3.1 条。

A3.2 比色测定

同本标准 6.1.3.2。

A4 结果计算

同本标准 6.1.4 条或 6.2.4。

A5 精密度

同本标准 7。

煤的真相对密度测定方法

GB/T 217—1996

(1996年6月14日批准 1997年2月1日实施)

1 主题内容与适用范围

本标准规定了煤的真相对密度测定用的试剂、仪器设备、测定步骤、结果计算及精密度。
本标准适用于无烟煤、烟煤和褐煤。

2 引用标准

GB 212 煤的工业分析方法。

3 方法提要

以十二烷基硫酸钠溶液为浸润剂,使煤样在密度瓶中润湿沉降并排除吸附的气体,根据煤样排出的同体积的水的质量算出煤的真相对密度。

4 试剂

4.1 十二烷基硫酸钠(化学纯)溶液:20g/L。

5 仪器、设备

5.1 分析天平:感量0.0001g。

5.2 水浴。

5.3 恒温器:控温范围10~35℃,控温精度±0.5℃。

5.4 密度瓶:带磨口毛细管塞,容量50mL,如下图:

5.5 刻度移液管:容量10mL。

5.6 水银温度计:0~50℃,最小分度0.2℃。

6 测定步骤

6.1 准确称取粒度小于0.2mm空气干燥煤样2g(称准到0.0002g),通过无颈小漏斗全部移入密度瓶(5.4)中。

6.2 用移液管向密度瓶中注入浸润剂(4.1)3mL,并将瓶颈上附着的煤粒冲入瓶中,轻轻转动密度瓶,放置15min使煤样浸透,然后沿瓶壁加入约25mL蒸馏水。

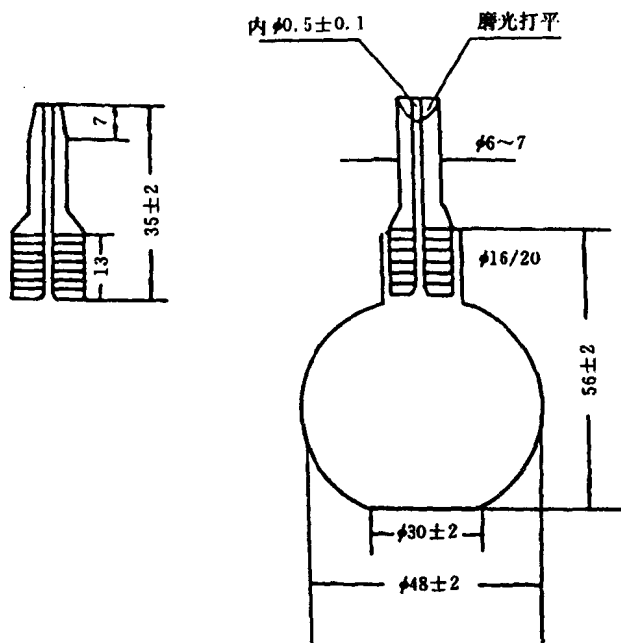
6.3 将密度瓶移到沸水浴中加热20min,以排除吸附的气体。

6.4 取出密度瓶,加入新煮沸过的蒸馏水至水面低于瓶口约1cm处并冷至室温。然后于20±0.5℃的恒温器中(根据室温情况可适当调整恒温器温度)保持1h(也可在室温下放置3h以上,最好过夜),记下室温温度。

6.5 用吸管沿瓶颈滴加新煮沸过的并冷却到20℃(或室温)的蒸馏水至瓶口,盖上瓶塞,使过剩的水从瓶塞上的毛细管溢出(这时瓶口和毛细管内不得有气泡存在,否则应重新加水、盖塞)。

6.6 迅速擦干密度瓶,立即称出密度瓶加煤、浸润剂和水的质量 m_1 。

6.7 空白值的测定:按上述方法,但不加煤样,不在沸水浴中加热,测出密度瓶加浸润剂、水的质量 m_2 (在恒温条件下,应每月测空白值一次;在室温条件下,应同时测定空白值)。同一密度瓶重复测定的差值不得超过 0.001 5g。



7 结果计算

真相对密度按式(1)计算:

$$\text{TRD}_{20}^{20} = \frac{m_d}{m_2 + m_d - m_1} \quad (1)$$

式中: TRD_{20}^{20} ——干燥煤的真相对密度;

m_d ——干燥煤样质量, g;

m_2 ——密度瓶加浸润剂和水的质量, g;

m_1 ——密度瓶加煤样、浸润剂和水的质量, g。

干燥煤样质量按式(2)计算:

$$m_d = m \times \frac{100 - M_{ad}}{100} \quad (2)$$

式中: m ——空气干燥煤样的质量, g;

M_{ad} ——空气干燥煤样水分, 按 GB 212 规定测定, %。

在室温下真相对密度按式(3)计算:

$$\text{TRD}_{20}^{20} = \frac{m_d}{m_2 + m_d - m_1} \times K_t \quad (3)$$

式中: K_t —— $t^\circ\text{C}$ 下温度校正系数。

$$K_t = d_t / d_{20} \quad (4)$$

式中: d_t ——水在 $t^\circ\text{C}$ 时的真相对密度;

d_{20} ——水在 20°C 时的真相对密度。

K_t 值可由表 1 列出。

表 1 校正系数 K_t 表

温度, $^\circ\text{C}$	校正系数, K_t	温度, $^\circ\text{C}$	校正系数, K_t
6	1.001 74	21	0.999 79
7	1.001 70	22	0.999 56
8	1.001 65	23	0.999 53
9	1.001 58	24	0.999 09
10	1.001 50	25	0.998 83
11	1.001 40	26	0.998 57
12	1.001 29	27	0.998 31
13	1.001 17	28	0.998 03
14	1.001 00	29	0.997 73
15	1.000 90	30	0.997 43
16	1.000 74	31	0.997 13
17	1.000 57	32	0.996 82
18	1.000 39	33	0.996 49
19	1.000 20	34	0.996 16
20	1.000 00	35	0.995 82

8 精密度

真相对密度测定重复性和再现性如表 2 规定:

表 2

重 复 性	再 现 性
0.02(绝对值)	0.04(绝对值)

煤中碳酸盐二氧化碳含量的测定方法

GB/T 218—1996

(1996年12月19日批准 1997年7月1日实施)

1 范围

本标准规定了煤中碳酸盐二氧化碳含量的测定方法,适用于褐煤、烟煤及无烟煤。

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 474—83 煤样的制备方法

GB 483—87 煤质分析试验方法一般规定

3 方法提要

用盐酸处理煤样,煤中碳酸盐分解析出二氧化碳,后者用碱石棉吸收,根据吸收器质量的增加,求出煤中碳酸盐二氧化碳含量。

4 试剂

所用水均符合 GB/T 6682《分析实验室用水规格和试验方法》要求的三级水,并经煮沸除去二氧化碳。

4.1 盐酸(GB/T 622):(1+3)溶液。

4.2 硫酸(GB/T 625):相对密度 1.84。

4.3 无水氯化钙:粒度 3~6mm。

4.4 碱石棉或碱石灰:粒度 1~2mm。

4.5 粒状无水硫酸铜浮石:把粒度为 1.5~3mm 的浮石浸入硫酸铜(GB/T 665)饱和溶液中,煮沸 2~3h,取出浮石置于搪瓷盘内,然后把瓷盘放入干燥箱中,在 160~170℃下经常搅拌干燥到白色,保存在密闭瓶中备用。

4.6 润湿剂:95%乙醇(GB/T 679)。

5 仪器、设备

5.1 二氧化碳测定装置,结构如图 1 所示:

5.1.1 净化系统 由内装浓硫酸(4.2)的洗气瓶(3)和内装碱石棉(4.4)的 U 形管(4)组成。

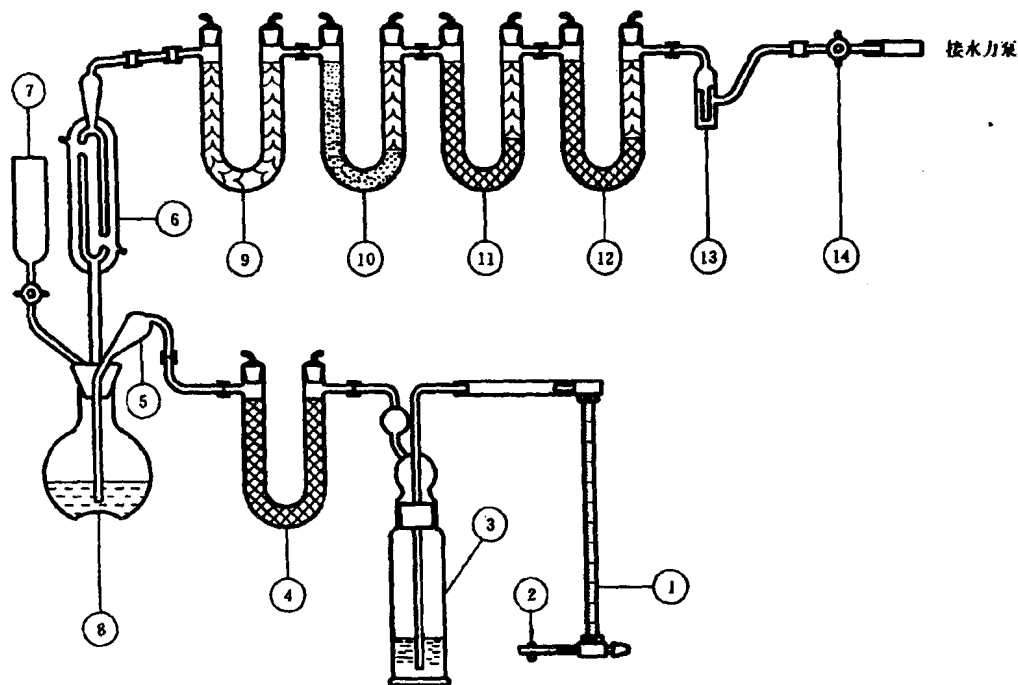
5.1.2 反应系统 由一个 300mL 的平底烧瓶(8),分液漏斗(7),冷凝器(6)和梨形管(5)组成。

5.1.3 吸收系统 由以下部件组成:

U 形管(9),内装无水氯化钙(4.3),用以吸收从反应系统出来的水分;

U形管(10),前2/3装粒状无水硫酸铜浮石(4.5),后1/3装无水氯化钙,用以吸收煤分解的硫化氢:

U形管(11)、(12),前2/3装碱石棉,后1/3装无水氯化钙,用以吸收二氧化碳及其与碱石棉反应生成的水分。



二氧化碳的测定装置图

①—气体流量计;②—弹簧夹子;③—洗气瓶;④、⑨、⑩、⑪、⑫、—U形管;⑤—梨形进气管;⑥—双壁冷凝器;⑦—管状带活塞漏斗;⑧—带橡皮塞的平底烧瓶;⑩—10mL 气泡计;⑭—二通玻璃活塞

5.2 分析天平:感量 0.1mg。

5.3 气体流量计:量程 20~500mL/min。

5.4 水力泵或下口瓶。

5.5 万能电炉。

5.6 平底烧瓶:容量 300mL。

6 试验准备

如图 1 所示将各部件连接好,夹好弹簧夹(2),关闭漏斗(7)上的活塞,打开各 U 形管和二通活塞(14),开启水力泵抽气,经 1~2min 后,如气泡计(13)每分钟漏气不超过 2 个气泡,即达到气密的要求。

7 测定步骤

7.1 准确称量粒度小于 0.2mm 的空气干燥煤样 5g(称准到 0.001g),放入平底烧瓶中,加入 50mL 水,用橡皮塞塞紧,用力摇动以润湿煤样。打开瓶塞,再用 50mL 水将粘附在橡皮塞上的煤样洗入瓶中,若遇到难润湿的煤样,可先加 5mL 润湿剂(4.6)以后再加水。