

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

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

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

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

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。