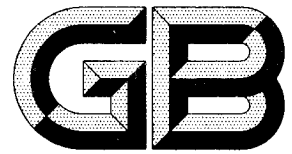


ICS 73.040
D 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 3558—1996

煤中氯的测定方法

Determination of chlorine in coal

1996-12-19发布

1997-07-01实施

国家技术监督局 发布

前 言

本标准在 GB 3558—83《煤中氯的测定方法》基础上增加了高温燃烧水解-电位滴定法,同时根据 GB/T 1.1—1993《标准化工作导则 第1单元:标准的起草与表述规则 第1部分:标准编写的基本规定》和 GB 483—87《煤质分析试验方法一般规定》对标准的书写格式,有关术语,计量单位进行了编写。本标准规定的两种方法具有等效作用。

本标准从生效之日起,同时代替 GB 3558—83。

本标准的附录 A 是标准的附录。

本标准由中华人民共和国煤炭工业部提出。

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:煤炭科学研究总院北京煤化学所。

本标准主要起草人:高干亮、邱蔚。

煤中氯的测定方法

代替 GB 3558—83

Determination of chlorine in coal

1 范围

本标准规定了高温燃烧水解煤样-电位滴定和艾氏剂熔样-硫氰酸钾滴定(伏尔哈德法)两种测定煤中总氯量的两种方法要点、试剂、仪器、测定步骤、结果计算和方法的精密度。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

2 方法 A: 高温燃烧水解-电位滴定法

2.1 测定原理

煤样在氧气和水蒸气混合气流中燃烧和水解,煤中氯全部转化为氯化物并定量地溶于水中。以银为指示电极,银-氯化银为参比电极,用标准硝酸银电位法直接滴定冷凝液中的氯离子浓度,根据标准硝酸银溶液用量计算煤中氯的含量。

2.2 试剂和材料

2.2.1 石英砂:粒度 0.5~1.0 mm。

2.2.2 硫酸溶液:浓度(1+5)(V+V)。将 20 mL 优级纯浓硫酸(GB 625)倒入 100 mL 蒸馏水中,混匀。

2.2.3 氢氧化钠溶液:10 g/L。

将 1 g 优级纯氢氧化钠(GB 629)溶于 100 mL 水中。

2.2.4 琼脂粉:化学纯。

2.2.5 硝酸钾饱和溶液:将足够量优级纯硝酸钾(GB/T 647)溶于适量水中,继续加入硝酸钾直至不再溶解。

2.2.6 乙醇(GB/T 678):分析纯。

2.2.7 溴甲酚绿指示剂:10 g/L 乙醇溶液。

将 1 g 溴甲酚绿指示剂溶于 100 mL 乙醇中。

2.2.8 标准氯化钠溶液:氯离子浓度 0.20 mg/mL。

准确称取预先在 500~600 °C 灼烧 1 h 后的优级纯氯化钠(GB/T 1266)0.659 6 g 溶于少量水中,再转入 2 000 mL 容量瓶中,稀释到刻度,摇匀。

2.2.9 标准硝酸银溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.0125 \text{ mol/L}$ 。

准确称取预先在 110 °C 烘烤 1 h 后的优级纯硝酸银(GB/T 670)2.123 6 g,溶于少量水中,再转入 1 000 mL 棕色容量瓶中,稀释到刻度,摇匀。

2.2.10 瓷舟:长 77 mm,高和宽 10 mm,耐温 1 100 °C 以上。

2.3 仪器设备

2.3.1 高温燃烧水解装置(见图 1),其中: