

ICS 27.100

D 21

备案号: 50076-2015

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1431 — 2015

煤（飞灰、渣）中碳酸盐二氧化碳的测定 盐酸分解—库仑滴定法

Standard test method for coulometric determination of carbon dioxide liberated
by hydrochloric acid in coal, fly ash and bottom ash

2015-04-02 发布

2015-09-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言 II

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法原理 1

5 试剂和材料 1

6 仪器和设备 2

7 样品制备 2

8 试验准备 3

9 测定步骤 4

10 结果计算 4

11 方法精密度 4

前 言

本标准根据 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第1部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：西安热工研究院有限公司。

本标准主要起草人：杜晓光、马筠、刘卫清、吴颖庆、杜玲。

本标准在执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

煤（飞灰、渣）中碳酸盐二氧化碳的测定

盐酸分解—库仑滴定法

1 范围

本标准规定了盐酸分解—库仑滴定法测定煤（飞灰、渣）中碳酸盐二氧化碳含量的方法。

本标准适用于煤炭（包括褐煤、烟煤和无烟煤）和火电厂煤炭燃烧产物（飞灰、渣）中的碳酸盐二氧化碳的测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB 474 煤样的制备方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

DL/T 567.4 火力发电厂燃料试验方法——入炉煤、入炉煤粉、飞灰和炉渣样品的制备

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

碳酸盐二氧化碳 carbon dioxide in carbonate

煤、煤的燃烧产物（飞灰、渣）中以碳酸盐形式存在的碳，通常以二氧化碳的形式报出其含量，以区分煤、煤的燃烧产物（飞灰、渣）中的有机碳。

4 方法原理

一定质量的煤（飞灰、渣）样在加热的盐酸溶液作用下，其中的碳酸盐（如碳酸钙、碳酸镁及碳酸亚铁等）分解，产生气态二氧化碳，同时伴随有酸性气体杂质产生（如硫化氢、卤化氢等），在载气（去除二氧化碳的空气）的携带下，通过洗气瓶滤除其中的酸性气体杂质后进入库仑电解池，与高氯酸钡溶液反应，pH 值降低，通过电解恢复 pH 值，根据电解消耗的电量计算样品中碳酸盐二氧化碳的含量。

5 试剂和材料

5.1 试验用水：符合 GB/T 6682 要求的三级水，并经煮沸除去二氧化碳。

5.2 氢氧化钾：分析纯。

5.3 氢氧化钾溶液：将 65g 氢氧化钾溶解到水中，加水稀释到 100mL。

5.4 盐酸溶液：体积比为（1+3）。

5.5 高氯酸：分析纯。

注：高氯酸试剂有强烈腐蚀性，属强氧化剂，可助燃，与有机物、还原剂及易燃物接触或混合时有引起燃烧爆炸的危险。

5.6 高氯酸银：分析纯。

5.7 过氧化氢溶液：浓度为 30%。

5.8 二氧化碳洗液：将 2mL 高氯酸和 5g 高氯酸银溶于 100mL 水。使用前每毫升清洗液加入 0.1mL 的 30%过氧化氢溶液。

5.9 高氯酸钡：分析纯。

注：高氯酸钡试剂属强氧化剂，与可燃物、有机物、金属粉末或还原剂形成爆炸性混合物，经摩擦或受热可引起燃烧爆炸。

5.10 碳酸钡：分析纯。

5.11 阴极溶液：50g 高氯酸钡溶于 200mL 水，加入 20mL 异丙醇，用水稀释至 1L。

5.12 阳极溶液：22g 高氯酸钡溶于 100mL 水。

5.13 碳酸钙：优级纯。二氧化碳理论含量为 44.00%。

6 仪器和设备

6.1 空气供应及净化装置

6.1.1 真空泵：抽气速率为 (1 ± 0.1) L/min。

6.1.2 空气流量计：量程为 0mL/min~1000mL/min。

6.1.3 空气洗气瓶：容积为 100mL，内装有氢氧化钾溶液。

6.2 碳酸盐分解装置

6.2.1 酸化反应装置：由定量加液器（可调范围宜为 1mL~10mL）、进气管、平底烧瓶（100mL）、直型空气冷凝管及与其配套的出气管组成。

6.2.2 加热磁力搅拌器：加热功率为 300W，转速为 0r/min~2400r/min，托盘尺寸为 $\phi 120$ 。

6.2.3 二氧化碳洗气瓶：容积为 50mL。

6.3 库仑积分装置

6.3.1 库仑仪：能控制电解并准确测量电解电量。积分精度：误差小于 0.5%。结果显示：四位数字（mC）以上。

6.3.2 酸度计：测量分度值为 0.01，精度为 ± 0.02 。

6.3.3 库仑滴定池

由阳极槽和阴极槽组成，两槽溶液用 G4 号玻璃砂隔膜隔开。

阴极槽装有阴极溶液，阳极槽装有碳酸钡和阳极溶液。两槽液面高度一致。

pH 电极置于阴极槽溶液中。两支铂电极分别置于阴极槽和阳极槽溶液中。

6.3.4 电磁搅拌器：转速为 0r/min~2400r/min，托盘尺寸为 $\phi 120$ 。

7 样品制备

7.1 煤样

按照 GB 474 中规定的方法制备出一般分析煤样。

7.2 飞灰和渣样

按照 DL/T 567.4 中规定的方法制备出分析用飞灰样和渣样。

注：飞灰样和渣样在干燥时应缩短时间，避免空气中二氧化碳被样品捕集。

8 试验准备

8.1 测量装置安装

8.1.1 测量装置连接示意图见图 1。

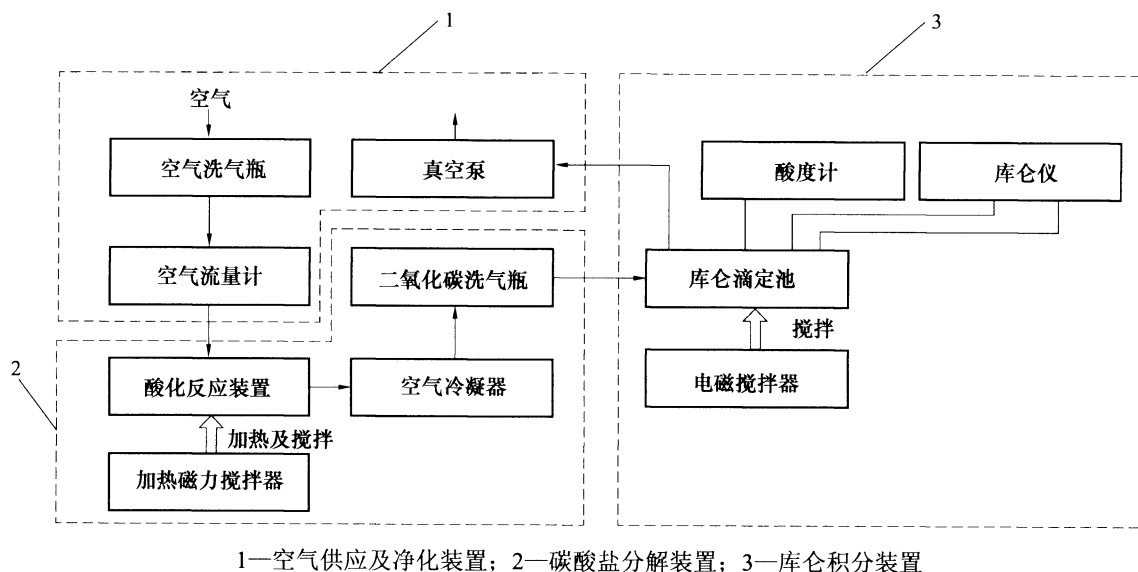


图 1 测量装置连接示意图

8.1.2 按照图 1 所示，将仪器各部分连接好。

初次使用前，往空气洗气瓶内加入 30mL 氢氧化钾溶液（见 5.3），在定量加液器中加入 200mL 盐酸溶液（见 5.4）（视测试次数多少而定），往二氧化碳洗气瓶中加入 20mL 二氧化碳洗液（见 5.8），往阴极槽中加入阴极溶液（见 5.11），往阳极槽中加入碳酸钡（见 5.10）和阳极溶液（见 5.12），两槽液面高度一致。

注：阴极槽溶液被污染或溶液中碳酸钡沉淀积累到一定程度，应予以更换；阳极槽中碳酸钡因长时间使用其量减少，应予以补加。

8.1.3 试验时应进行下列检查：

- 试验前，用 pH 试纸检测空气洗气瓶内氢氧化钾溶液：当 $\text{pH} < 12$ 时，应予以更换；
- 试验前，当定量加液器内盐酸溶液少于 50mL 时，应予以补加；
- 若试验期间观察到二氧化碳洗气瓶中有沉淀生成，本次试验作废，应更换二氧化碳洗液。

8.2 气密性检查

依次打开真空泵电源、抽气阀门，调节空气流量计流量为 500mL/min，再关闭空气冷凝管进气阀门，观察空气流量计，若气体流量降至 100mL/min 以下，即表明系统不漏气；否则应检查各个部件接口，直到系统不漏气方可进行试验。

8.3 阴极溶液 pH 值设定

依次打开真空泵电源、抽气阀门，调节空气流量计流量为 500mL/min。

依次打开经标定的酸度计、电磁搅拌器（调节到 1500r/min）、库仑仪，按下电解按钮并调节电压，使阴极溶液 pH 值在设定值 9.7~10.0 之间后关闭电解按钮。

9 测定步骤

9.1 空白测定

按 9.3 进行，但不加试样，只向烧瓶中加入 30mL 盐酸溶液（见 5.4）。

9.2 标定

称取碳酸钙（ 50 ± 0.5 ）mg，精确至 0.2mg，按 9.3 进行五次测定，根据读取的电量计数，按式（1）计算电量计数的二氧化碳当量：

$$e = \frac{10 \times 44m}{c_1 - c_0} \quad (1)$$

式中：

e ——电量计数的二氧化碳当量，mg/mC；

c_1 ——测定标样时的电量计数，mC；

c_0 ——空白测定时的电量计数，mC；

m ——测定标样时的称样量，g；

44 ——碳酸钙（见 5.13）的二氧化碳含量，%。

五次标定结果的极差应不大于 10mg/mC，取五次标定结果的平均值，作为电量计数的二氧化碳当量。

9.3 样品测定

9.3.1 称取试样（ 50 ± 0.5 ）mg，称准到 0.2mg，置于烧瓶中。

9.3.2 依次打开真空泵电源、抽气阀门，调节空气流量计流量为 500mL/min，打开酸度计开关、阴极槽电磁搅拌器开关（搅拌速度调整到 1500r/min），吹扫整个气路应不少于 2min，直至观察 pH 计示值变化不超过 0.02（在 9.7~10.0 范围之间某一值稳定）。

9.3.3 用定量加液器加入 30mL 盐酸溶液（见 5.4）。

9.3.4 打开磁力搅拌器，调节功率旋钮，在搅拌下加热溶液至微沸。

9.3.5 酸度计 pH 指示值从设定值开始下降，应及时打开电解开关进行电解，并保持溶液 pH 值在 9.0 至设定值之间；20s 内的 pH 值变化小于 0.01 时，应停止电解。读取电量计数。

9.3.6 依次关闭抽气阀门、真空泵及电热磁力搅拌器，清理烧瓶中废液。

10 结果计算

按式（2）计算试样中二氧化碳的百分含量：

$$[\text{CO}_2]_{\text{car}} = \frac{(c_2 - c_0) \times e \times 10^{-3}}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中：

$[\text{CO}_2]_{\text{car}}$ ——样品中碳酸盐二氧化碳的含量，%。

c_2 ——测定样品时的电量计数，mC。

注：下角标 car 为碳酸盐（carbonate）的英文缩写。

11 方法精密度

盐酸分解-库仑滴定法测定煤（飞灰、渣）中碳酸盐二氧化碳重复性限见表 1。

表 1 盐酸分解-库仑滴定法测定煤（飞灰、渣）中碳酸盐二氧化碳重复性限

样品类别	重复性限，%
煤	0.30
飞灰、渣	0.20

中 华 人 民 共 和 国
电 力 行 业 标 准
煤（飞灰、渣）中碳酸盐二氧化碳的测定
盐酸分解—库仑滴定法
DL/T 1431 — 2015

*

中国电力出版社出版、发行
(北京市东城区北京站西街19号 100005 <http://www.ccpp.sgcc.com.cn>)

北京九天众诚印刷有限公司印刷

*

2016年4月第一版 2016年4月北京第一次印刷
880毫米×1230毫米 16开本 0.5印张 12千字
印数 001—300册

*

统一书号 155123·2854 定价 9.00元

敬告读者

本书封底贴有防伪标签，刮开涂层可查询真伪
本书如有印装质量问题，我社发行部负责退换

版 权 专 有 翻 印 必 究



中国电力出版社官方微信



掌上电力书屋

