

ICS 27.100

F 24

备案号: 36414-2012

**DL**

# 中华人民共和国电力行业标准

DL / T 258 — 2012

---

## 煤中游离二氧化硅的测定方法

Determination of free silica in coal

2012-04-06 发布

2012-07-01 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 方法提要 ..... 1

5 试剂 ..... 1

6 仪器设备 ..... 1

7 试样准备 ..... 2

8 测定步骤 ..... 2

9 试验结果计算 ..... 3

10 精密度 ..... 4

附录 A（资料性附录） 自动温控溶样装置 ..... 5

## 前 言

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、吴颖庆。

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）。

## 煤中游离二氧化硅的测定方法

### 1 范围

本标准规定了煤中游离二氧化硅的测定方法。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

### 2 规范性引用文件

下列文件对于本标准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标准。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本标准。

GB/T 211 煤中全水分的测定方法（GB/T 211—2007，ISO 589: 2003，NEQ）

GB/T 212 煤的工业分析方法（GB/T 212—2008，ISO 11722: 1999，NEQ）

GB/T 474 煤样的制备方法（GB/T 474—2008，ISO 18283: 2006，MOD）

GB/T 475 商品煤样人工采取方法（GB/T 475—2008，ISO 18283: 2006，MOD）

GB/T 19494（所有部分） 煤炭机械化采样（所有部分）

GBZ 159 工作场所空气中有害物质监测的采样规范

### 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

#### 3.1

**煤中游离二氧化硅 free silica**

煤中没有与金属或金属化合物结合而呈游离状态的二氧化硅。

### 4 方法提要

将煤样按 GB/T 212 规定的方法进行灰化，取恒重后的一定量灰样溶于加热至 245℃~250℃的磷酸或焦磷酸中，灰样中的硅酸盐、铝硅酸盐等化合物均被溶解，而游离二氧化硅不溶。将溶解后的溶液稀释、过滤，滤出的沉渣经灼烧后用氢氟酸分解其中的游离二氧化硅，计算出煤中游离二氧化硅的含量。

### 5 试剂

5.1 磷酸：分析纯。

5.2 焦磷酸：含量大于或等于 45%，可自行制备。制备方法为：将磷酸加热到沸腾，至 250℃不冒泡为止，放冷，贮存于试剂瓶中。

注：焦磷酸在常温下易结晶，使用前应使用水浴加热至液态，以便于量取。

5.3 盐酸溶液：HCl 浓度  $c_{\text{HCl}}=0.1\text{mol/L}$ ，量取浓盐酸 8.3mL，加水稀释至 1L。

5.4 硫酸：分析纯。

5.5 氢氟酸：分析纯。

### 6 仪器设备

6.1 电子天平：量程为 0g~200g，感量 0.1mg。

6.2 马弗炉。

- 6.2.1 灰化用马弗炉：应符合 GB/T 212 中规定。
- 6.2.2 灼烧用马弗炉：炉膛应保持温度为  $(1000 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.3 干燥箱：可控制温度范围为室温至  $200^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.4 可调电炉：功率为 1kW。
- 6.5 电热板：功率为 1kW。
- 6.6 自动温控溶样装置：参见附录 A。
- 6.7 灰皿：瓷质，长方形，底长 110mm，底宽 50mm，高 20mm。
- 6.8 锥形瓶：容量为 250mL。
- 6.9 铂金坩埚：容量为 30mL。
- 6.10 水银温度计：量程为  $0^{\circ}\text{C} \sim 300^{\circ}\text{C}$ ，最小分度值至少为  $2^{\circ}\text{C}$ 。
- 6.11 烧杯：容量为 200mL。
- 6.12 量筒：容量为 100mL。
- 6.13 玻璃干燥器：内径 300mm，内盛变色硅胶。
- 6.14 玛瑙研钵：内径 60mm。
- 6.15 试验筛：内径 200mm，筛孔 0.1mm。
- 6.16 慢速定量滤纸：圆形，直径 12.5cm。
- 6.17 玻璃漏斗及漏斗架：玻璃漏斗直径 15cm。
- 6.18 pH 试纸：pH 值范围为 1~14。

## 7 试样准备

### 7.1 煤样的采取及制备

按照 GB 475 和 GB 474 或 GB/T 19494 中规定的方法进行人工采样，或利用机械采取和制备出全水分煤样和一般分析试验煤样；若需要从作业场所采取空气中的煤尘进行测定，则应按照 GBZ 159 中规定的方法采集煤尘样品。

制样过程中应避免煤样扬尘损失和外来粉尘的影响。

### 7.2 灰样的准备

按照 GB/T 212 中灰分的测定方法，将适量的一般分析试验煤样或煤尘进行灰化（煤样用量应以得到的灰样量不少于 1.5g 为宜），然后使用玛瑙研钵将灰样研细到全部通过 0.1mm 的试验筛，放入磨口玻璃瓶中备用。

灰样使用前应灼烧至质量恒重。

## 8 测定步骤

8.1 按照 GB/T 211 中规定的方法测定全水分煤样（见 7.1）的全水分，以及一般分析试验煤样（见 7.1）的空气干燥基水分、空气干燥基灰分。

8.2 准确称取  $(0.5 \pm 0.05)\text{g}$  灰样（见 7.2）于 250mL 锥形瓶中。

8.3 用量筒量取 30mL 磷酸或焦磷酸，倒入锥形瓶中，轻微摇动，使样品全部湿润。

8.4 将盛有灰样及溶剂的锥形瓶置于电炉上进行溶样，用水银温度计观测溶样过程中锥形瓶内溶液的温度。

8.5 如使用磷酸溶样，调节电炉上的加热功率至 1000W，加热约 2min 后溶液开始剧烈沸腾；调节加热功率至 600W，待加热约 5min 后溶液逐渐升温至  $230^{\circ}\text{C}$ ；调节加热功率至 400W，以控制溶液温度为  $(240 \pm 10)^{\circ}\text{C}$ 。在此温度下保持 10min~15min，溶液透明后结束加热。溶样期间应摇动锥形瓶，使之均匀溶解。

8.6 如使用焦磷酸溶样，调节电炉上的加热功率至 600W，待加热约 5min 后溶液逐渐升温至  $230^{\circ}\text{C}$ ；

调节加热功率至 400W, 以控制溶液温度为  $(240 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。在此温度下保持 10min~15min, 溶液透明后结束加热。溶样期间应摇动锥形瓶, 使之均匀溶解。

8.7 溶样结束后取下锥形瓶, 在室温下冷却至  $70^\circ\text{C}$  左右, 缓慢加入约  $80^\circ\text{C}$  的热蒸馏水并不断摇动锥形瓶, 稀释到 150mL。

8.8 将锥形瓶中的溶液趁热用慢速定量滤纸过滤, 用 0.1mol/L 的盐酸溶液洗涤锥形瓶并移入漏斗中, 并冲洗滤纸上的沉渣 3 次~5 次 (每次 10mL), 再用约 200mL 的热蒸馏水冲洗至 pH 试纸显示大于 7 为止。

8.9 将过滤后的滤纸折叠, 放于已称恒重的铂金坩埚中 (质量为  $m_0$ ), 在  $80^\circ\text{C}$  的干燥箱中烘干, 再放入温度为  $200^\circ\text{C}$  的马弗炉中炭化约 20min, 最后将马弗炉升温至  $(1000 \pm 10)^\circ\text{C}$ , 并在此温度下灼烧 30min。

8.10 取出铂金坩埚, 在室温下冷却 3min~5min, 再放入干燥器中冷却至室温后称量, 经 20min 的检查性灼烧至恒重 (质量变化不超过 0.0005g), 并记录其质量  $m_1$ 。

8.11 将铂金坩埚置于通风橱内, 先加入 3 滴~5 滴蒸馏水以润湿沉渣, 再加入硫酸 0.5mL、氢氟酸 10mL, 将铂金坩埚放在电热板上缓慢蒸发至冒白烟, 再加入氢氟酸 5mL, 加热蒸干至白烟冒尽。

8.12 将铂金坩埚连同沉渣置于马弗炉中, 在  $(1000 \pm 10)^\circ\text{C}$  的温度下灼烧 30min, 取出在室温下冷却 3min~5min 后, 再放入玻璃干燥器中冷却至室温后称量, 进行 20min 的检查性灼烧, 以确保恒重 (质量变化不超过 0.0005g), 并记录其质量  $m_2$ 。

## 9 试验结果计算

### 9.1 沉渣量

沉渣量按公式 (1) 进行计算:

$$M = \frac{m_2 - m_0}{m} \times 1000 \quad (1)$$

式中:

$M$  ——灰样中不溶于磷酸、焦磷酸的沉渣量, mg/g;

$m_2$  ——氢氟酸处理后的沉渣和铂金坩埚质量, g;

$m_0$  ——铂金坩埚质量, g;

$m$  ——灰样质量, g。

若测定的沉渣量  $M$  大于 2mg/g, 则认为溶样不完全, 应重新进行试验。

### 9.2 煤灰中游离二氧化硅的含量

煤灰中游离二氧化硅的含量按公式 (2) 进行计算:

$$SiO_2(F)_A = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中:

$SiO_2(F)_A$  ——煤灰中游离二氧化硅的含量, %;

$m_1$  ——测定试验时氢氟酸处理前的沉渣和铂金坩埚质量, g。

### 9.3 煤中游离二氧化硅的含量

空气干燥基煤中游离二氧化硅的含量按公式 (3) 进行计算:

$$SiO_2(F)_{ad} = SiO_2(F)_A \times \frac{A_{ad}}{100} \quad (3)$$

式中:

$SiO_2(F)_{ad}$  ——空气干燥基煤中游离二氧化硅的含量, %;

$A_{ad}$  ——煤的空气干燥基灰分含量, %。

收到基煤中游离二氧化硅的含量按公式 (4) 进行基准换算:

$$SiO_2(F)_{ar} = SiO_2(F)_{ad} \times \frac{100 - M_t}{100 - M_{ad}} \quad (4)$$

式中:

$SiO_2(F)_{ar}$  ——收到基煤中游离二氧化硅的含量, %;

$M_{ad}$  ——空气干燥基水分含量, %;

$M_t$  ——煤中全水分的含量, %。

## 10 精密度

煤灰中游离二氧化硅测定的重复性限和再现性临界差见表 1。

表 1 煤灰中游离二氧化硅测定的重复性限和再现性临界差 %

煤灰中游离二氧化硅的含量 $SiO_2(F)_A$	重复性限 $SiO_2(F)_A$	再现性临界差 $SiO_2(F)_A$
$\leq 20.00$	0.3	0.6
$> 20.00$	0.5	1.0

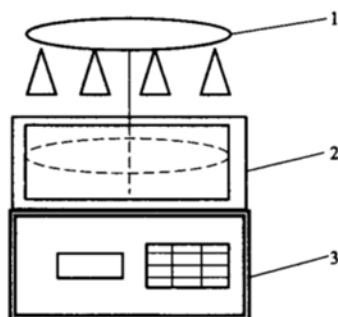
## 附录 A

(资料性附录)

## 自动温控溶样装置

A.1 图 A.1 所示为一种比较适宜的自动温控溶样装置。该装置可替代可调电炉实现测定煤灰中游离二氧化硅时灰样的溶样功能。它由箱型电炉、锥形瓶挂盘和控制仪三部分组成，各部分的功能和参数如下：

- a) 箱型电炉：炉膛为正方体，边长 300mm，高 250mm，升温范围为  $0^{\circ}\text{C}\sim 300^{\circ}\text{C}$ 。
- b) 锥形瓶挂盘：圆形，可同时悬挂 5 个 250mL 锥形瓶；在试验过程中可升降，以方便装卸锥形瓶；在加热过程中可正反旋转，以实现溶液的振荡搅拌功能。
- c) 控制仪：可控制箱型电炉的加热温度及加热时间，并实现试验过程中各环节的自动切换；可控制锥形瓶挂盘的升降及旋转。



1—锥形瓶挂盘；2—箱型电炉；3—控制仪

图 A.1 自动温控溶样装置结构示意图

A.2 凡能达到以下要求的其他形式的温控溶样装置都可使用：

- a) 能控制溶样用锥形瓶的加热温度在  $(240\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 。
- b) 能控制溶样用锥形瓶的加热时间。
- c) 具有振荡搅拌功能。

中 华 人 民 共 和 国  
电 力 行 业 标 准  
煤中游离二氧化硅的测定方法  
DL/T 258—2012

\*

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.cepp.sgcc.com.cn>)  
北京博图彩色印刷有限公司印刷

\*

2012年7月第一版 2012年7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 0001—3000册

\*

统一书号 155123·947 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



155123.947

上架建议：规程规范/  
电力工程/火力发电

