

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2087.2—2011

煤中氯的测定 第2部分:氧弹燃烧- 自动电位滴定法

Determination of chlorine content in coal—
Part 2: Combustion bomb-auto potentiometric titration method

2011-09-09 发布

2012-04-01 实施

中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局



中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
煤中氯的测定 第2部分:氧弹燃烧-
自动电位滴定法

SN/T 2087.2—2011

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 9 千字

2012年2月第一版 2012年2月第一次印刷

印数 1—1 600

*

书号: 155066 • 2-22893 定价 14.00 元

前 言

SN/T 2087《煤中氯的测定》系列标准共分为两个部分：

——第1部分：高效液相色谱法；

——第2部分：氧弹燃烧-自动电位滴定法。

本部分为 SN/T 2087 的第2部分。

本部分按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本部分由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本部分起草单位：中华人民共和国山西出入境检验检疫局、中华人民共和国宁波出入境检验检疫局。

本部分主要起草人：赵发宝、陈建国、连庚寅、潘亚利、林力、杨晓兵、赵临强、杨燕强。

煤中氯的测定 第2部分:氧弹燃烧-自动电位滴定法

1 范围

SN/T 2087 的本部分规定了煤中氯的测定氧弹燃烧-自动电位滴定法。

本部分适用于煤中氯的测定,测定范围 0.03%~0.30%。

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/T 212 煤的工业分析方法

GB/T 213 煤的发热量测定方法

GB 474 煤样的制备方法

3 方法提要

一定量的煤样在充有过量氧气的氧弹中燃烧,释放的氯被稀碱溶液吸收。用水淋洗氧弹,使吸收液全部转移至烧杯中,用硝酸酸化,以复合银电极为测量电极,以硝酸银标准溶液进行自动电位滴定测定氯的含量。

4 试剂和材料

除非另有规定,本部分仅使用优级纯的试剂和电阻率大于或等于 $18.2 \text{ M}\Omega \cdot \text{cm}$ 的超纯水。

4.1 硝酸($\rho=1.42 \text{ g/mL}$)。

4.2 碳酸铵。

4.3 硝酸银。

4.4 氯化钠,基准试剂。

4.5 碳酸铵溶液(100 g/L):称取 100 g 优级纯碳酸铵溶解于 1 000 mL 水中,混匀,转移至试剂瓶中。用时现配。

4.6 硝酸银标准溶液[$c(\text{AgNO}_3)=0.025 \text{ mol/L}$]:准确称取预先在 110°C 干燥 1 h 的优级纯硝酸银 4.247 2 g,溶于少量水中,再移入 1 000 mL 棕色容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.7 氯化钠标准溶液(氯离子浓度为 0.20 mg/mL):准确称取预先在 $(500\sim 600)^\circ\text{C}$ 灼烧 1 h 的基准氯化钠 0.329 8 g,溶于少量水中,再移入 1 000 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

4.8 氧气:纯度 99.5%,不含可燃成分,不允许使用电解氧。

5 仪器及设备

5.1 氧弹燃烧装置:包括氧弹、燃烧皿、点火丝、冷却水浴等,应符合 GB/T 213 的规定。

- 5.2 分析天平:感量 0.1 mg。
- 5.3 自动电位滴定仪:应配有计算机控制及数据处理系统,银量滴定用复合银电极,自动搅拌器和加液器装置。

6 样品

- 6.1 按照 GB 474 将样品缩制成粒度小于 0.2 mm(80 目)的空气干燥煤样。
- 6.2 如需换算成其他基态,在测定氯的同时,应按照 GB/T 212 测定样品的空干基水分。

7 分析步骤

7.1 样品溶液的制备

- 7.1.1 称取 1 g 空气干燥煤样(6.1),精确到 0.000 1 g,置于燃烧皿中,将燃烧皿放到氧弹架上,连接点火丝,装入已预先加入 5 mL 碳酸铵溶液(4.5)的氧弹内,小心拧紧氧弹盖。燃烧时不易燃烧完全的试样,可提高充氧压力至 3.2 MPa,或用擦镜纸包裹已称量好的试样并用手压实,然后放入燃烧皿中。
- 7.1.2 向氧弹中缓慢充入氧气至(2.8~3.0)MPa,并保持 15 s 以上。小心将氧弹放入冷水浴中,接通点火电路,开启搅拌装置,点火,并使氧弹在水浴中保持 10 min 以上。将氧弹从水浴中取出,缓慢均匀地减压,在不少于 2 min 的时间,使压力减为常压。打开氧弹,检查样品是否燃烧完全或是否有样品溅出,否则,试验作废。
- 7.1.3 用热水充分清洗氧弹、电极和坩埚等各部件,并将全部洗液收集于一个 200 mL 的烧杯中,保持溶液的体积小于 150 mL。向烧杯中加入 3 mL 硝酸(4.1)和 5.00 mL 氯化钠标准溶液(4.7),摇匀,待测。

7.2 空白试验

除不加样品外,随同样品按 7.1 步骤做空白试验。

7.3 测定

- 7.3.1 将硝酸银标准溶液(4.6)移入仪器储液瓶中,开启仪器,用该标准溶液冲洗加液器及其管路 3 次,并排尽管路中的气泡。
- 7.3.2 仪器工作条件,参见附录 A。
- 7.3.3 将盛有待测溶液的烧杯置于滴定台上,插入搅拌装置、复合银电极及滴定头。用硝酸银标准溶液(4.6)进行自动电位滴定,当电位出现最大突跃,即滴定达到等当点,仪器自动停止滴定,并计算检测结果。

8 结果计算

空气干燥煤样中氯(Cl_{ad})的质量分数 w(%)按式(1)计算:

$$w = \frac{c \times (V - V_0) \times 0.035\,45}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

- c ——硝酸银标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——样品滴定消耗硝酸银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);
- V₀ ——空白滴定消耗硝酸银标准溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——空气干燥煤样的质量,单位为克(g);

0.035 45 ——氯的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

每一样品至少重复测定两次,取两次测定值的平均值作为测定结果。计算结果表示到小数点后三位。

9 精密度

氯含量的两次重复测定结果的绝对差值不大于其算术平均值的 10%。

附 录 A
(资料性附录)
仪器工作条件

自动电位滴定仪的参考工作条件见表 A.1。

表 A.1 仪器工作条件

项 目		参 数
搅拌速度		产生明显漩涡而无气泡
滴定模式		动态等当点滴定
滴定剂添加	添加模式	动态添加
	最小增加量 dV_{\min}/mL	0.002~0.01
测量	dt 时间内电位变化 dE/mV	0.5
	dt/s	1.0
	最小等待时间 t_{\min}/s	3.0
	最大等待时间 t_{\max}/s	30.0
等当点识别	阈值	30~100
停止条件	等当点数	$n=1$



SN/T 2087.2-2011

书号:155066 • 2-22893

定价: 14.00 元