

ICS 73.040
D 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 19227—2003

煤和焦炭中氮的测定方法 半微量蒸汽法

Determination of nitrogen in coal and coke—
semi-micro gasification 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

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
煤和焦炭中氮的测定方法
半微量蒸汽法
GB/T 19227—2003

*

中国标准出版社出版发行
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.bzchs.com>

电话:63787337、63787447

2003年10月第一版 2004年11月电子版制作

*

书号: 155066·1-19973

如有排版错误 由本社负责解决
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533

前 言

本标准与 ISO/TS 11725-2:2002(E)《固体矿物燃料 氮的测定 半微量蒸汽法》(英文版)的一致性程度为非等效。与 ISO/TS 11725-2 相比,主要差异如下:

- 水解管采用刚玉制;
- 水解温度为 1 050℃;
- 蒸汽发生器用可调温的电炉和平底烧瓶;
- 为适应我国煤中氮含量范围,硫酸标准溶液浓度作了适当调整;
- 用氧化铝作为催化剂和疏松剂而取消助熔剂钠石灰;
- 本标准不适用于褐煤中氮的测定。

本标准参照 GB/T 476—2001《煤的元素分析方法》中第 4 章氮的测定(半微量开氏法)制定,本标准与 GB/T 476—2001 中第 4 章相比主要差异是分解样品的方法不同——本标准采用蒸汽法分解样品,其余测定步骤与 GB/T 476—2001 的有关规定相同。

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。

本标准主要起草人:肖乃友、贾 延。

本标准是首次制定。

引 言

GB/T 476—2001《煤的元素分析方法》第4章氮的测定(半微量开氏法)多年来一直用于煤中氮的测定,精密度和准确度都能够满足实际应用的要求。但是对于高变质程度的无烟煤和焦炭不能在短时间内消化完全,致使消化时间过长或使测定结果偏低。为解决此问题,参照 ISO/TS 11725-2《固体矿物燃料 氮的测定 半微量蒸汽法》,制定了本标准。

煤和焦炭中氮的测定方法

半微量蒸汽法

1 范围

本标准规定了半微量蒸汽法测定煤和焦炭中氮含量的方法原理、试剂和材料、仪器设备、试验准备、测定步骤、结果计算及精密度等。

本标准适用于无烟煤、烟煤和焦炭。

2 方法原理

一定量的煤或焦炭试样,在有氧化铝作为催化剂和疏松剂的条件下,于1050℃下通入水蒸气,试样中的氮及其化合物全部还原成氨。生成的氨经过氢氧化钠溶液蒸馏,用饱和硼酸溶液吸收后,由标准硫酸溶液滴定,根据标准硫酸溶液的消耗量来计算氮含量。

3 试剂和材料

3.1 硼酸饱和溶液:将60g硼酸(GB 628)溶于1L热水中,冷却静置24h后倾滤出清液。

3.2 氢氧化钠溶液:将250g氢氧化钠(GB 629)溶于1L水中,冷却后备用。

3.3 碳酸钠纯度标准物质:GB W06101a,使用方法见标准物质证书。

3.4 氧化铝(Q/H 01-0051-92)。

3.5 甲基红和亚甲基蓝混合指示剂:

a) 称取0.175g甲基红(HGB 3040-59),研细,溶于50mL95%乙醇(GB 679)中,存于棕色瓶。

b) 称取0.083g亚甲基蓝(HG 3364),溶于50mL95%乙醇中,存于棕色瓶。

c) 使用时将a)和b)按体积比1+1混合。混合指示剂的使用期不应超过1周。

3.6 硫酸标准溶液: $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right)=0.02\text{ mol/L}$ 。

配制:用移液管吸取0.6mL硫酸(GB 625)加入100mL预先加入10mL水的烧杯中,用玻璃棒搅拌均匀,冷却后,将溶液转入1000mL容量瓶,反复冲洗烧杯壁3次,洗液也转入容量瓶中,加水稀释至瓶刻度,充分混合均匀后,备用。

标定:称取0.02g(称准至0.0002g)预先在130℃下干燥到质量恒定的碳酸钠纯度标准物质(3.3)放入锥形瓶中,加入50mL~60mL蒸馏水使之溶解,然后加入2滴~3滴甲基橙,用标准硫酸溶液滴定到由黄色变为橙色。煮沸,赶出二氧化碳,冷却后,继续滴定到橙色。

硫酸标准溶液的浓度 $c(\text{mol/L})$ 按公式(1)计算:

$$c = \frac{m}{0.053V} \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m ——碳酸钠的质量,单位为克(g);

V ——硫酸溶液用量,单位为毫升(mL);

0.053——碳酸钠 $\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3\right)$ 的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

3.7 氮气(GB/T 4844.1—1995):纯度高于99.8%。

3.8 石墨(Q/H 82-0121-94):化学纯。