

MT

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 358—94

煤的三氯甲烷萃取物族组分测定方法

1994-05-12 发布

1994-12-01 实施

中华人民共和国煤炭工业部 发布

煤的三氯甲烷萃取物族组分测定方法

1 主题内容与适用范围

本标准规定了煤的三氯甲烷萃取物族组分测定用试剂、材料、仪器、设备,测定步骤、结果计算和精密度。

本标准适用于烟煤和无烟煤的三氯甲烷萃取物族组分的测定。

2 方法提要

用石油醚处理三氯甲烷萃取物,获得沉淀为沥青质,可溶组分通过硅胶-氧化铝层析柱分离。利用不同类型的有机物同吸附剂之间的吸附性能及各冲洗剂的极性不同,依次将样品中的饱和烃、芳烃进行分离,求得组分的百分含量。用差减法计算求得非烃的百分含量。

3 试剂和材料

3.1 三氯甲烷(GB 682):需蒸馏纯化至不发荧光。

3.2 石油醚(HG 3-1003):沸程 60~90℃。

3.3 硅胶:粒度 100~140 目,用苯(GB 690)和无水乙醇(GB 678)混合液(1+1,V/V)萃取 48 h,将溶剂挥发后,在 140±5℃干燥箱内活化 4 h,取出放入干燥器中冷却,装瓶,置入干燥器中备用。活性不低于 2 级,放置时间不得超过两周。

3.4 氧化铝:中性,粒度 70~200 目,在马弗炉中于 400±10℃活化 4 h,取出,在空气中稍冷,放入干燥器中冷却,装瓶,保存在干燥器中备用。活性不低于 2 级,放置时间不得超过两周。

3.5 中速定性滤纸(直径 110 mm)和脱脂棉:均用苯(GB 690)和无水乙醇(GB 678)混合液(1+1,V/V)萃取至不发荧光,除去溶剂后备用。

4 仪器、设备

4.1 层析柱:内径约 10 mm,长约 500 mm,或用 25 mL 酸式滴定管。

4.2 分析天平:感量 0.1 mg。

4.3 电热干燥箱:带鼓风。

4.4 马弗炉。

4.5 电热恒温水浴。

4.6 具塞三角瓶:100~200 mL。

4.7 称量瓶:30 mm×60 mm。

4.8 短颈漏斗:直径 70 mm。

4.9 蒸馏溶剂装置:包括直形冷凝管和 250 mL 圆底烧瓶。

5 测定步骤

5.1 称取煤样 30~70 mg(精确至 0.2 mg)于 100 mL 具塞三角瓶中,加入 0.4 mL 三氯甲烷,盖上瓶