

ICS 73.040
D 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 4633—2014
代替 GB/T 4633—1997

煤中氟的测定方法

Determination of fluorine in coal

2014-06-09 发布

2014-10-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法提要	1
4 试剂和材料	1
5 仪器设备	2
6 煤样高温燃烧水解	4
7 电位测量	5
8 结果表述	5
9 方法的精密度	6
10 试验报告	6

前 言

本标准根据 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 4633—1997《煤中氟的测定方法》，与 GB/T 4633—1997 相比主要差异如下：

- 增加了规范性引用文件(见第 2 章)；
- 增加了结果报告(见第 10 章)；
- 修改煤中氟含量的计算公式(见 8.1)。

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(SAC/TC 42)归口。

本标准起草单位：煤炭科学研究总院检测研究分院。

本标准主要起草人：杨华玉、史明志、李婷。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB 4633—1984；GB/T 4633—1997。

煤中氟的测定方法

1 范围

本标准规定了高温燃烧水解-氟离子选择电极(简称氟电极)法测定煤中氟含量的方法提要、试剂和材料、仪器设备、测定步骤、结果计算、方法精密度和试验报告等。

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 483 煤炭分析试验方法一般规定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 方法提要

煤样在氧气和水蒸气混合气流中燃烧和水解,煤中氟全部转化为挥发性氟化物(SiF_4 及 HF)并定量地溶于水中。以氟电极为指示电极,饱和甘汞电极为参比电极,用标准加入法测定样品溶液中氟离子浓度,计算出煤样中氟含量。

4 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为合格的分析纯试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

4.1 水:GB/T 6682,二级。

4.2 石英砂(SiO_2):粒度 0.5 mm~1.0 mm。

4.3 氧气:纯度 99.5%以上。

4.4 无水乙醇:相对密度(20 °C)0.79 g/mL。

4.5 氢氧化钠溶液:10 g/L。称取 1 g 优级纯氢氧化钠溶于 100 mL 水中。

4.6 硝酸溶液:(1+5)(V_1+V_2)。量取体积为 20 mL(V_1)的优级纯浓硝酸倒入体积为 100 mL(V_2)水中混匀。

4.7 总离子强度调节缓冲溶液:称取 294.0 g 二水合柠檬酸三钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)和 20.0 g 硝酸钾溶于约 800 mL 水中,用硝酸溶液调节溶液的 pH 至 6.0,再用水稀释到 1 L,贮于不含氟的塑料瓶中备用。

4.8 氟标准储备溶液:1 000 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。称取预先在 120 °C 干燥约 2 h 的优级纯氟化钠 2.210 1 g 于烧杯中,加水溶解,用水洗入 1 000 mL 容量瓶中并稀释到刻度,摇匀,贮于不含氟的塑料瓶中作为储备液备用。

注:氟标准储备溶液也可直接购买有证标准物质溶液。

4.9 氟标准工作溶液:100 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 250 $\mu\text{g}/\text{mL}$, 500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 。用氟标准储备溶液分别配制 100 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、250 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 、500 $\mu\text{g}/\text{mL}$ 的标准工作溶液。贮于不含氟的塑料瓶中备用。