



中华人民共和国国家标准

GB/T 19227—2008

部分代替 GB/T 476—2001,代替 GB/T 19227—2003,GB/T 18856.12—2002

煤中氮的测定方法

Determination of nitrogen in coal

(ISO 333:1996, Coal—Determination of nitrogen—Semi-micro Kjeldahl method, MOD; ISO/TS 11725:2002, Solid mineral fuels—Determination of nitrogen—Semi-micro gasification, MOD)

2008-07-29 发布

2009-05-01 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

前 言

本标准修改采用 ISO 333:1996《煤——氮的测定——半微量开氏法》(英文版)和 ISO/TS 11725:2002《固体矿物燃料——氮的测定——半微量蒸汽法》(英文版)。为了方便比较,在附录 A 中列出了本标准章条编号与 ISO 333:1996 章条编号的对照一览表,在附录 B 中列出了本标准章条编号与 ISO/TS 11725:2002 章条编号的对照一览表。

本标准与 ISO 333:1996 和 ISO/TS 11725:2002 的技术性差异用垂直单线标识在它们所涉及的条款的页边空白处。在附录 C 中给出了本标准与 ISO 333:1996 的技术性差异及其原因的一览表,在附录 D 中给出了本标准与 ISO/TS 11725:2002 的技术性差异及其原因的一览表,以供参考。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- a) “固体矿物燃料”改为“煤炭”;
- b) 标准名称由“煤——氮的测定——半微量开氏法”和“固体矿物燃料——氮的测定——半微量蒸汽法”改为“煤中氮的测定方法”;
- c) “本国际标准”一词改为“本标准”;
- d) 用小数点“.”代替作为小数点的“,”;
- e) 删除国际标准的前言。

本标准代替 GB/T 476—2001《煤的元素分析方法》第 4 章:氮的测定,GB/T 18856.12—2002《水煤浆质量试验方法 第 12 部分:水煤浆氮测定方法》和 GB/T 19227—2003《煤和焦炭中氮的测定方法 半微量蒸汽法》。

本标准与 GB/T 476—2001 中第 4 章氮的测定相比主要变化如下:

- 增加了半微量开氏法测定水煤浆中氮含量(本版第 1 章和第 3 章);
- 修改了硫酸标准溶液标定中无水碳酸钠的称样量(2001 年版 4.2.9.2,本版 3.2.8.2);
- 增加了硫酸标准溶液标定中滴定次数和允许差的要求(本版 3.2.8.2);
- 在“试剂”中增加了甲基橙指示剂(本版 3.2.9);
- 增加了开氏球直径的要求(本版 3.3.2.4);
- 增加了微量滴定管性能级别的要求(本版 3.3.3);
- 增加了称样量范围的要求(本版 3.4.1);
- 增加了铬酸酐消化样品后样品溶解转移的说明(本版 3.4.2);
- 增加了样品蒸馏中蒸馏时间的内容(本版 3.4.4);
- 增加了蒸馏烧瓶中添加水时的要求(本版 3.4.4);
- 增加了空白试验测定允许差的要求(本版 3.5.3)。

本标准与 GB/T 18856.12—2002 相比主要变化如下:

- 删除了称取水煤浆试样进行氮测定的内容(2002 年版第 3 章)。

本标准与 GB/T 19227—2003 相比主要变化如下:

- 修改了硼酸溶液的浓度(2003 年版 3.1,本版 4.2.3);
- 修改了硫酸标准溶液的浓度(2003 年版 3.6,本版 4.2.5);
- 增加了水蒸气发生器中添加水时的说明(本版 4.4.5);
- 增加了水解蒸馏装置气密性检查(本版 4.4.6);
- 增加了吸收液体积的描述(本版 4.5.6)。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 和附录 D 为资料性附录。

GB/T 19227—2008

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、云南省煤炭勘查院实验室。

本标准主要起草人：孙刚、孔令坡、李月清、贾延、王广育、肖乃友。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

GB/T 476—1964、GB/T 476—1979、GB/T 476—1991、GB/T 476—2001；

GB/T 18856.12—2002；

GB/T 19227—2003。

煤中氮的测定方法

1 范围

本标准规定了测定煤、焦炭和水煤浆中氮的半微量开氏法和半微量蒸汽法的原理、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算及精密度等。

开氏法适用于褐煤、烟煤、无烟煤和水煤浆；蒸汽法适用于烟煤、无烟煤和焦炭。

注：对于高变质程度的无烟煤，开氏法消化样品时间过长，可能导致测定结果偏低，此时可采用蒸汽法。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件，其随后所有的修改单（不包括勘误的内容）或修订版均不适用于本标准，然而，鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 212 煤的工业分析方法（GB/T 212—2008，ISO 11722:1999；ISO 1171:1997；ISO 562:1998，NEQ）

GB 474 煤样的制备方法（GB 474—1996，eqv ISO 1988:1975）

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

3 半微量开氏法

3.1 方法原理

称取一定量的空气干燥煤样或水煤浆干燥试样，加入混合催化剂和硫酸，加热分解，氮转化为硫酸氢铵。加入过量的氢氧化钠溶液，把氨蒸出并吸收在硼酸溶液中。用硫酸标准溶液滴定，根据硫酸的用量，计算样品中氮的含量。

3.2 试剂

3.2.1 混合催化剂：将无水硫酸钠、硫酸汞和化学纯硒粉按质量比 64 : 10 : 1（如 32 g + 5 g + 0.5 g）混合，研细且混均后备用。

3.2.2 硫酸。

3.2.3 高锰酸钾或铬酸酐。

3.2.4 蔗糖。

3.2.5 无水碳酸钠：优级纯、基准试剂或碳酸钠纯度标准物质。

3.2.6 混合碱溶液：将氢氧化钠 370 g 和硫化钠 30 g 溶解于水中，配制成 1 000 mL 溶液。

3.2.7 硼酸溶液：30 g/L。

将 30 g 硼酸溶入 1 L 热水中，配制时加热溶解并滤去不溶物。

3.2.8 硫酸标准溶液： $c\left(\frac{1}{2}\text{H}_2\text{SO}_4\right) = 0.025 \text{ mol/L}$ 。

3.2.8.1 硫酸标准溶液的配制：于 1 000 mL 容量瓶中，加入约 40 mL 蒸馏水，用移液管吸取 0.7 mL 硫酸（3.2.2）缓缓加入容量瓶中，加水稀释至刻度，充分振荡均匀。

3.2.8.2 硫酸标准溶液的标定：于锥形瓶中称取 0.02 g（称准至 0.000 2 g）预先在 130 °C 下干燥到质量恒定的无水碳酸钠（3.2.5），加入（50~60）mL 蒸馏水使之溶解，然后加入（2~3）滴甲基橙指示剂（3.2.9），用硫酸标准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