

ICS 73.040
D 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 4633—1997

煤中氟的测定方法

Determination of fluorine in coal

1997-04-17 发布

1997-10-01 实施

国家技术监督局 发布

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
煤 中 氟 的 测 定 方 法
GB/T 4633—1997

*

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.bzcbs.com>

电话：63787337、63787447

1997年9月第一版 2005年1月电子版制作

*

书号：155066·1-14085

版权专有 侵权必究
举报电话：(010) 68533533

前 言

本标准在 GB/T 4633—84 的基础上,删去了空白高、稳定性差的半熔法;在测定步骤中增加了氟电极实际斜率的测定,其余部分则与原标准基本一致。

本标准根据 GB/T 1.1—93《标准化工作导则 第一单元:标准的起草与表述规则》对原标准的书写格式、某些符号及单位的表达方式进行了修改,使之符合当前国家标准的要求。

本标准从生效之日起,同时代替 GB/T 4633—84。

本标准由中华人民共和国煤炭工业部提出。

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:煤炭科学研究总院北京煤化学研究所。

本标准主要起草人:高干亮。

本标准委托煤炭科学研究总院北京煤化学研究所负责解释。

中华人民共和国国家标准

GB/T 4633—1997

煤中氟的测定方法

代替 GB/T 4633—84

Determination of fluorine in coal

1 范围

本标准规定了用高温燃烧水解-氟离子选择性电极法测定煤中总氟量的方法。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤中氟的测定。

2 原理

煤样在氧气和水蒸汽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。以氟离子选择性电极为指示电极,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,计算出煤中总氟量。

3 试剂和材料

3.1 水:本方法使用的水均为电阻率大于 $3\text{ M}\Omega/\text{cm}$ 的去离子水。

3.2 石英砂:化学纯,粒度 $(0.5\sim 1)\text{ mm}$ 。

3.3 氢氧化钠溶液: 10 g/L 。

将 1 g 优级纯氢氧化钠(GB/T 629)溶于 100 mL 水中。

3.4 硝酸溶液: $1+5(V+V)$ 。

将 20 mL 优级纯硝酸(GB/T 626)加入 100 mL 水中混匀。

3.5 溴甲酚绿指示剂: 1 g/L 乙醇溶液。

将 0.1 g 溴甲酚绿(HG 3—1220)指示剂溶于 100 mL 乙醇中。

3.6 氟标准储备溶液:称取预先在 120°C 干燥约 2 h 的优级纯氟化钠(GB/T 1264) 2.2101 g 于烧杯中,加水溶解,用水洗入 1000 mL 容量瓶中并稀释到刻度,摇匀,贮于塑料瓶中备用。此溶液 1 mL 含氟 $1000\text{ }\mu\text{g}$,作为储备液。

3.7 氟标准工作溶液:用储备溶液分别配制 1 mL 含氟 $100\text{ }\mu\text{g}$ 、 $250\text{ }\mu\text{g}$ 和 $500\text{ }\mu\text{g}$ 的工作溶液,贮于塑料瓶中备用。

3.8 总离子强度调节缓冲溶液:称取 294 g 化学纯柠檬酸三钠($\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)(HG 3—1298)和 20 g 化学纯硝酸钾(GB/T 647)溶于约 800 mL 水中,用硝酸溶液(3.4)调节pH为 6.0 ,再用水稀释到 1 L 。贮于塑料瓶中备用。

3.9 氧气:纯度 99% 以上。

4 仪器设备

4.1 器皿、容器:本方法所用的器皿、容器原则上应是塑料制品。

4.2 燃烧舟:瓷质,长 77 mm ,高 8 mm ,上宽 12 mm 。

4.3 分析天平:感量 0.1 mg 。