



# 中华人民共和国国家标准

GB/T 3558—2014  
代替 GB/T 3558—1996

---

## 煤中氯的测定方法

**Determination of chlorine in coal**

(ISO 587:1997, Solid mineral fuels—Determination of chlorine using  
Eschka mixture, NEQ)

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 A:高温燃烧水解-电位滴定法 .....	1
3.1 方法提要 .....	1
3.2 试剂和材料 .....	1
3.3 仪器设备 .....	2
3.4 燃烧水解煤样 .....	5
3.5 电位滴定 .....	5
3.6 结果计算 .....	6
3.7 方法精密度 .....	6
4 方法 B:艾氏卡混合剂熔样-硫氰酸钾滴定法 .....	6
4.1 方法提要 .....	6
4.2 试剂和材料 .....	6
4.3 仪器设备 .....	7
4.4 测定步骤 .....	7
4.5 结果计算 .....	8
4.6 方法精密度 .....	8
5 试验报告 .....	8
附录 A (规范性附录) 滴定微分曲线的绘制 .....	9

## 前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 3558—1996《煤中氯的测定方法》，与 GB/T 3558—1996 相比，除编辑性修改外主要变化如下：

- 修改了硫酸溶液的配制浓度(见 3.2.2,1996 版 2.2.2)和加入量(见 3.4.2,1996 版 2.4.2)；
- 修改了硝酸银标准溶液的浓度(见 3.2.6,1996 版 2.2.9)；
- 增加了市售银-氯化银参比电极电位滴定装置(见 3.3.2)。

本标准使用重新起草法参考 ISO 587:1997《固体矿物质燃料 氯的测定(艾氏卡法)》编制，与 ISO 587:1997 的一致性程度为非等效。

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。

GB/T 3558—1996 的历次版本发布情况为：

- GB 3558—1983。

# 煤中氯的测定方法

## 1 范围

本标准规定了高温燃烧水解-电位滴定法和艾氏剂熔样-硫氰酸钾滴定法测定煤中总氯含量的方法提要、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算及方法精密度等。

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

## 3 方法 A: 高温燃烧水解-电位滴定法

### 3.1 方法提要

煤样在氧气和水蒸气混合气流中燃烧和水解,煤中氯全部转化为氯化物并定量地溶于水中。以银为指示电极,银-氯化银为参比电极,用硝酸银电位法直接滴定冷凝液中的氯离子浓度,根据硝酸银标准溶液用量计算煤样中的总氯含量。

### 3.2 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。

3.2.1 无水乙醇: $C_2H_5OH$ , $\rho_{20^\circ C}=0.79\text{ g/mL}$ 。

3.2.2 硫酸溶液: $(1+23)(V_1+V_2)$ ,将1体积优级纯浓硫酸缓慢加入23体积水中,混匀。

3.2.3 氢氧化钠溶液:10 g/L,将1 g 优级纯氢氧化钠溶于100 mL水中。

3.2.4 硝酸钾饱和溶液:将足够量优级纯硝酸钾溶于适量水中,继续加入硝酸钾直至不再溶解,且溶液中有一定量的固体硝酸钾存在。

3.2.5 氯化钠标准溶液:氯离子浓度0.20 mg/mL。准确称取预先在500 °C~600 °C灼烧1 h后的优级纯氯化钠0.659 6 g,溶于少量水中,再转入2 000 mL容量瓶中,稀释到刻度,摇匀。

3.2.6 硝酸银标准溶液: $c(\text{AgNO}_3)=0.014\text{ 11 mol/L}$ 。准确称取预先在110 °C烘烤1 h后的优级纯硝酸银2.396 9 g,溶于少量水中,再转入1 000 mL棕色容量瓶中,稀释到刻度,摇匀。

3.2.7 溴甲酚绿指示剂(10 g/L):称取1 g 溴甲酚绿溶于100 mL乙醇(95%)中。

3.2.8 氧气:纯度大于99.5%。

3.2.9 石英砂:粒度0.5 mm~1.0 mm。

3.2.10 琼脂粉:化学纯。

3.2.11 瓷舟:长77 mm,高和宽10 mm,耐温1 100 °C以上。

3.2.12 高温棉:玻璃纤维棉或硅酸铝棉,耐温1 100 °C以上。