

中华人民共和国国家标准

前言

焦化产品水分测定方法

本标准是在 GB/T 2288—1986《焦化产品水分测定方法》、GB/T 5074—1985《焦化产品水分含量的微量称量测定方法》、GB/T 6711—1984《黄血盐钠水分的测定方法》三标准的基础上,将微量法、恒重法及卡尔·费休法三个焦化产品水分的测定方法合并为一项标准,用于高温煤油池加热所得产品水分的测定。

本标准代替 GB/T 2288—1986、GB/T 5074—1985、GB/T 6711—1988。
本标准与 GB/T 2288—1986、GB/T 5074—1985、GB/T 6711—1988 相比主要变化如下:
——增加了前言、范围及引用文件等;
——修订了适用范围内容;
——修订了术语、材料、试验室、安全等章节内容;
——修订了试验室、试验品接收、试验品处理、试验品贮存、试验品运输、试验品回收等章节内容。
本标准由中国钢铁工业协会提出。
本标准由冶金工业部科技司归口。
本标准主要起草人:阮群、姜彦群、孙秀梅、罗红娟、孙伟。
本标准所代替标准的历次版本发布情况为:
——GB/T 2288—1986;
——GB/T 5074—1985;
——GB/T 6711—1988。

焦化产品水分测定方法

Coking products—Determination of moisture content

2008-05-13 发布 2008-11-01 实施

中华人民共和国质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会

GB/T 2288—2008

4.4.2 根据被测物质中预计的水分含量,选取适当的接受管,连接蒸馏瓶、接受管和冷却管(水分测定器如图 5 所示),在冷却管上端用少许脱脂棉堵塞,以防空气中水分在冷却管内壁凝结。

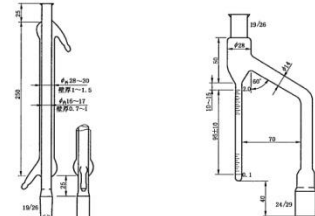


图 1

图 2

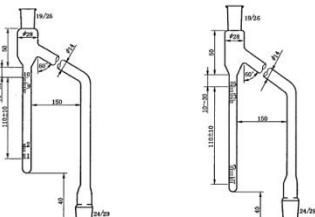


图 3

图 4

图 5 水分测定器装置图

- 1—冷却管;
2—接受管;
3—蒸馏瓶。
- 4.4.3 加热煮沸,使冷却液以每秒约 2 滴~5 滴的速度从冷却管末端滴下。当接受管中水分不再增加时,再加大火或调低电压,至少加热 5 min 后停止加热。
- 4.4.4 待接受管里的液体温度降到室温时,读记水层体积。如接受管内液体被搅动时,则将接受管放入热水中,使其澄清,然后冷却到室温读数。
- 4.5 结果计算
试样水分质量分数(X₁)按式(1)计算:
- $$X_1 = \frac{V}{V_0} \times 100 \quad (1)$$
- 式中:
V——接受管中水分的体积,单位为毫升(mL);
V₀——试样质量,单位为克(g)。
注:标定接受管水分的密度在室温时为 1.00 g/cm³。
- 4.5.1 使用 2 mL 和 10 mL 接受管,报告水分含量,精确到 0.01%;使用 25 mL 接受管,报告水分含量,精确到 0.1%。
- 4.5.2 取两个水分测定结果的算术平均值作为水分含量。
- 4.7 精密度
测定结果的精密度要求见表 1。

表 1 焦化产品水分测定的精密度要求

| 产品名称 | 重复性(r)/% | 再现性(R)/% |
|--------------------|------------------------|------------|
| 煤焦油、油渣、粗苯、苯酚 | 水分<1% 0.2 水分>1% 0.5 | 0.2 0.5 |
| 煤沥青 | 水分<1% 0.2 水分>1% 0.3 | 0.2 0.3 |
| 粗苯吡啶 | 0.2 | 0.2 |
| 工业酚、苯胺、苯酚、木材防腐剂 | 0.2 | 0.2 |
| 重质苯、固体石蜡、重苯 | 0.1 | 0.1 |
| 工业甲醛、工业二甲醇、邻甲酚、间甲酚 | 0.05 | 0.05 |

GB/T 2288—2008

GB/T 2288—2008

5 方法二 恒重法

- 5.1 原理
在 105℃~110℃的温度下,试样中的游离水与结晶水同时失去。根据试样所失的结晶水,换算高水分的含量,以质量分数表示。
- 5.2 仪器
5.2.1 称量瓶:直径 40 mm,高 25 mm,并有严密的磨口盖。
5.2.2 电热恒温干燥箱:能保持 105℃~110℃。
5.2.3 电子天平:感量 0.000 1 g。
- 5.3 试验步骤
5.3.1 用已称重的称量瓶称取约 2 g(称准至 0.000 2 g)试样置于 105℃~110℃电热恒温干燥箱中。
5.3.2 在此温度下干燥 120 min,取出放在干燥器中冷却至室温,称量,并进行重量检查,每次 30 min,直至进行至连续两次称量之差小于 0.001 g。
- 5.4 结果计算
试样水分质量分数(X₂)按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(m_1 - m_2) - (A - X_1 \times m \times \rho)}{m} \times 100 \quad (2)$$

- 式中:
x₁——试样含水量,百分比(%);
m——试样质量,单位为克(g);
m₁——干燥后试样质量,单位为克(g);
A——结晶水的总质量与试样分子质量之比。
- 5.5 结果报告
报告水分含量,精确到 0.01%。取重复测定两个结果的算术平均值作为测定结果。
- 5.6 精密度
重复性 r₁ 不大于 0.2%;
再现性 R₁ 不大于 0.4%。
- 6 方法三 卡尔·费休法
- 6.1 原理
含有吡啶、甲胺等有机溶剂中,试样中的水与卡尔·费休试剂发生如下反应:
H2O + I2 + SO2 + 3C5H5N -> C5H5NH + HI + C5H5N \cdot SO2
C5H5N \cdot SO2 + CH3OH -> C5H5N + HSO3CH3
根据此反应原理,利用双铂电极指示电极,一边检测其氧化电位,一边控制滴定速度直到发现滴定终点。根据测定所消耗的卡尔·费休试剂的体积,计算试样水分含量,以质量分数表示。
- 6.2 试剂
6.2.1 碘、分析纯。
6.2.2 无水甲醇、分析纯。
6.2.3 无水吡啶、分析纯。
6.2.4 无水亚硫酸钠、分析纯;或亚硫酸钠,分析纯。
6.2.5 硫酸、分析纯,密度 1.84。
6.2.6 氢氧化钠、分析纯,40%(质量分数)溶液。
6.2.7 二次蒸馏水或离子水。

GB/T 2288—2008

GB/T 2288—2008

6.2.8 卡尔·费休试剂:称取碘 65.8 g,加入于干燥的 1 000 mL 细口瓶中,再加入 121.3 mL 无水吡啶,用软木塞塞紧,使碘全部溶解后,加入 325 mL 无水甲醇,摇匀,将细口瓶置于冰浴中,按图 6 装置连接,加入二氧化硫不少于 55 g,所得深褐色溶液即为卡尔·费休试剂。
注:可直接使用商品化的卡尔·费休试剂。

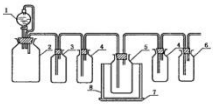


图 6 卡尔·费休试剂制备装置

- 6.3 仪器
6.3.1 卡尔·费休水分测定仪。
6.3.1.1 检测电极(双铂电极)。
6.3.1.2 电磁搅拌器。
6.3.2 微量注射器。
6.3.3 实验室一般仪器。
 - 6.4 试验步骤
6.4.1 水值的测定
6.4.1.1 向测定瓶内注入适量无水甲醇,使搅拌时铂电极恰好浸没于液面下,打开电磁搅拌器,用卡尔·费休试剂滴定至终点。
6.4.1.2 用微量注射器将 0.005 g~0.02 g 蒸馏水加到测定瓶中,并对进样前后进样器的质量进行称量(称准至 0.000 1 g),记录数据。用卡尔·费休试剂滴定至终点,同时记录消耗卡尔·费休试剂的毫升数,或按仪器指示,输入数值,仪器可自动输出卡尔·费休试剂水值的测定。
 - 6.4.1.3 卡尔·费休试剂水值的测定(F, mg/mL),按式(3)计算:
- $$F = \frac{m}{V} \quad (3)$$
- 式中:
m——所加水的质量,单位为毫克(mg);
V——消耗卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL)。- 6.4.1.4 重复 6.4.1.1~6.4.1.3 步骤,取重复测定两个结果的算术平均值作为卡尔·费休试剂水值的测定。

GB/T 2288—2008

- 6.4.1.5 卡尔·费休试剂水值的测定精度,不大于 0.200 0 mg/mL。
 - 6.4.2 试样分析
6.4.2.1 减量法
称取适量试样加入经过 6.4.1 处理过的测定瓶中,试样的加入量参考表 2,试样称准至 0.000 1 g,用卡尔·费休试剂滴定至终点,并记录消耗卡尔·费休试剂的毫升数。当滴定至空白试验时,测定并记录加入试样过程中瓶塞打开的时间。
 - 6.4.2.2 称量法
用称量瓶称取适量体积的试样加入到经过 6.4.1 处理过的测定瓶中,试样的加入量参考表 2,用卡尔·费休试剂滴定至终点,并记录消耗卡尔·费休试剂的毫升数。当滴定至空白试验时,测定并记录加入试样过程中瓶塞打开的时间。试样质量按式(4)计算:
- $$m = D \times V \quad (4)$$

式中:
m——试样的质量,单位为克(g);
D——在试样称量时的瓶塞打开的时间,单位为秒(s);
V₀——试样的体积,单位为毫升(mL)。

6.4.3 空白试验
当仪器、环境等变化影响试验时,需进行空白试验,必要时不加试样,按 6.4.2 步骤进行,瓶塞打开时间为 6.4.2 试样测定空瓶加入试样时瓶塞打开的时间。

表 2 试样加入量与其水分含量的关系

| 水分 | 试样称量(称准至 0.000 1 g) | 试样体积(称准至 0.000 1 mL) | 试样称量(称准至 0.000 1 g) |
|----------------|---------------------|----------------------|---------------------|
| 100 mg/kg~0.1% | 100(mL)~146(mL) | 60(mL)~64(mL) | 30(mL)~34(mL) |
| 0.1%~1% | 10(mL)~14.6(mL) | 6(mL)~6.4(mL) | 3(mL)~3.4(mL) |
| 1%~10% | 1(mL)~1.46(mL) | 0.6(mL)~0.64(mL) | 0.3(mL)~0.34(mL) |

- 6.5 结果计算
6.5.1 试样水分质量分数(X₃)按式(5)或式(6)计算。
- 6.5.1.1 不进行空白试验时:

$$X_3 = \frac{V \times F}{m} \times 100 \quad (5)$$

式中:
F——卡尔·费休试剂水值的测定值,单位为毫克/毫升(mg/mL);
V——试样消耗的卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);
m——试样质量,单位为克(g)。

- 6.5.1.2 进行空白试验时:
- $$X_3 = \frac{(V - D) \times F}{m} \times 100 \quad (6)$$

式中:
F——卡尔·费休试剂水值的测定值,单位为毫克/毫升(mg/mL);
V——试样消耗的卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);
D——空白试验消耗的卡尔·费休试剂的体积,单位为毫升(mL);
m——试样质量,单位为克(g)。
6.5.2 若仪器测定为自动滴定结果,则直接从仪器上记录最终分析结果。