

ICS 71.080
G 18



中华人民共和国国家标准

GB/T 2288—2008
代替 GB/T 2288—1980、GB/T 5074—1985、GB/T 6711—1986

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

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准是在 GB/T 2288—1980《焦化产品水分测定方法》、GB/T 5074—1985《焦化产品水分含量的微库仑测定方法》、GB/T 6711—1986《黄血盐钠水分的测定方法》三项标准的基础上,将蒸馏法、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,用于高温煤焦油经加工所得产品水分的测定。

本标准代替 GB/T 2288—1980、GB/T 5074—1985、GB/T 6711—1986。

本标准与 GB/T 2288—1980、GB/T 5074—1985、GB/T 6711—1986 相比主要变化如下:

- 增加了前言、规范性引用文件等;
- 修订了适用范围内容;
- 增加了原理、试样采取要求、修订了试验步骤;
- 修订了测定方法,试验步骤修订为容量法,并增加了卡尔·费休试剂对水的滴定度重复性。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由冶金工业信息标准研究院归口。

本标准主要起草单位:上海宝钢化工有限公司、冶金工业信息标准研究院。

本标准主要起草人:陆辉、龚嘉祥、祁秀梅、罗红妍、孙伟。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 2288—1980;
- GB/T 5074—1985;
- GB/T 6711—1986。

焦化产品水分测定方法

1 范围

本标准规定了焦化产品水分测定的原理、试样的采取、试剂、仪器、试验步骤、结果计算、报告和精密度。

本标准适用于焦化产品水分的测定。

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 1999 焦化产品轻油类取样方法

GB/T 2000 焦化固体类产品取样方法

GB/T 2289 焦化粘油类产品取样方法

3 试样采取

按 GB/T 1999、GB/T 2000 和 GB/T 2289 规定进行。

4 方法一 蒸馏法

4.1 原理

一定量的试样与无水溶剂混合,进行蒸馏测定其水分含量,并以质量分数表示。

4.2 试剂

4.2.1 甲苯:无水。

4.2.2 纯苯:无水。

4.3 仪器

4.3.1 蒸馏瓶:硬质难熔玻璃制成,平底或圆底短颈,容积 500 mL,瓶颈具有 24/29 标准磨口。

4.3.2 冷却管:内管长 300 mm、外管长 250 mm 的直形冷却管,下端具有直径 19/26 标准磨口(如图 1 所示)。

4.3.3 接受管:容积为 2 mL,分刻度为 0.05 mL,最大误差为 0.02 mL,如图 2 所示;容积为 10 mL,分刻度为 0.1 mL,最大误差为 0.06 mL,如图 3 所示;容积为 25 mL,分刻度为 0.2 mL,最大误差为 0.1 mL,如图 4 所示。每种接受管上端具有 19/26 标准磨口,与冷却管下端的标准磨口相配,接受支管下端具有直径 24/29 标准磨口,与蒸馏瓶的标准磨口相配。

4.3.4 天平:感量 0.2 g。

4.3.5 量筒:容积 50 mL、100 mL。

4.3.6 煤气灯或带无级可调电炉。

4.4 试验步骤

4.4.1 在室温下称取均匀试样 100 g(称准至 0.2 g)和量取甲苯 50 mL,置于洁净、干燥的蒸馏瓶中,细心摇匀。

4.4.1.1 测定煤沥青、固体古马隆的水分时,称取粉碎小于 13 mm 的试样 100 g,溶剂量为 100 mL。

4.4.1.2 测定粗轻吡啶的水分时,以纯苯为溶剂。

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塞住,以防空气中水分在冷却管内部凝结。

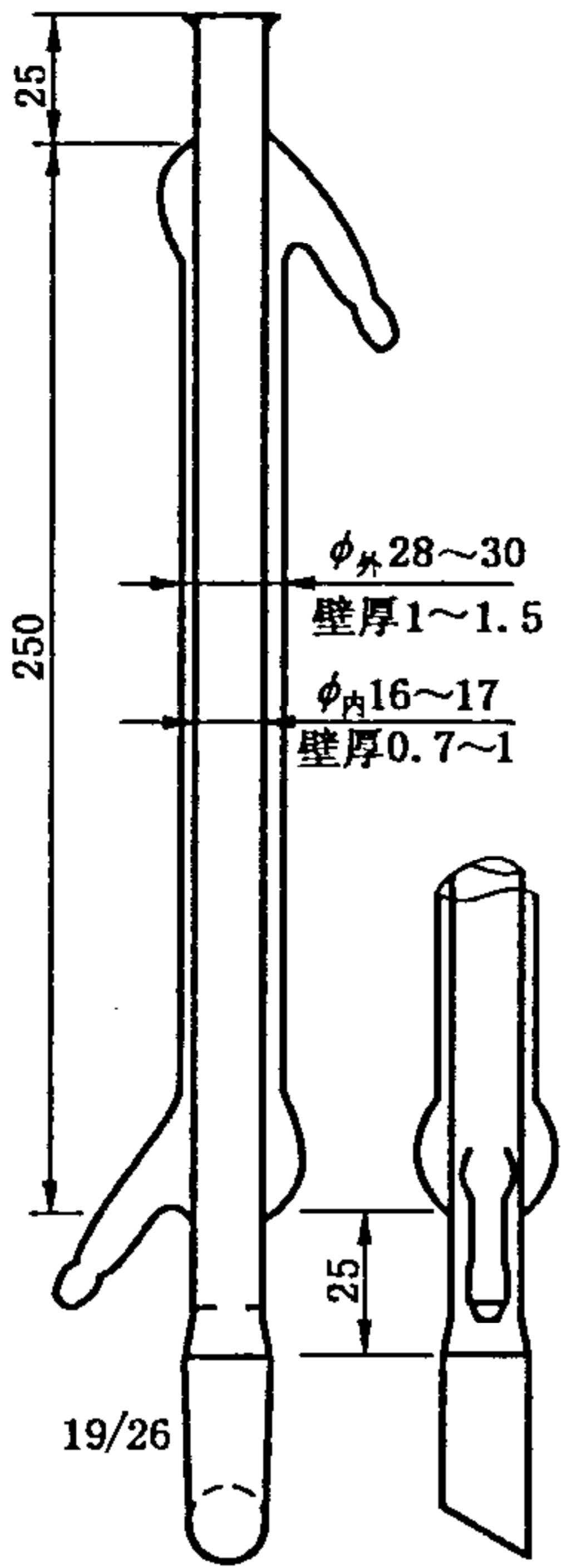


图 1

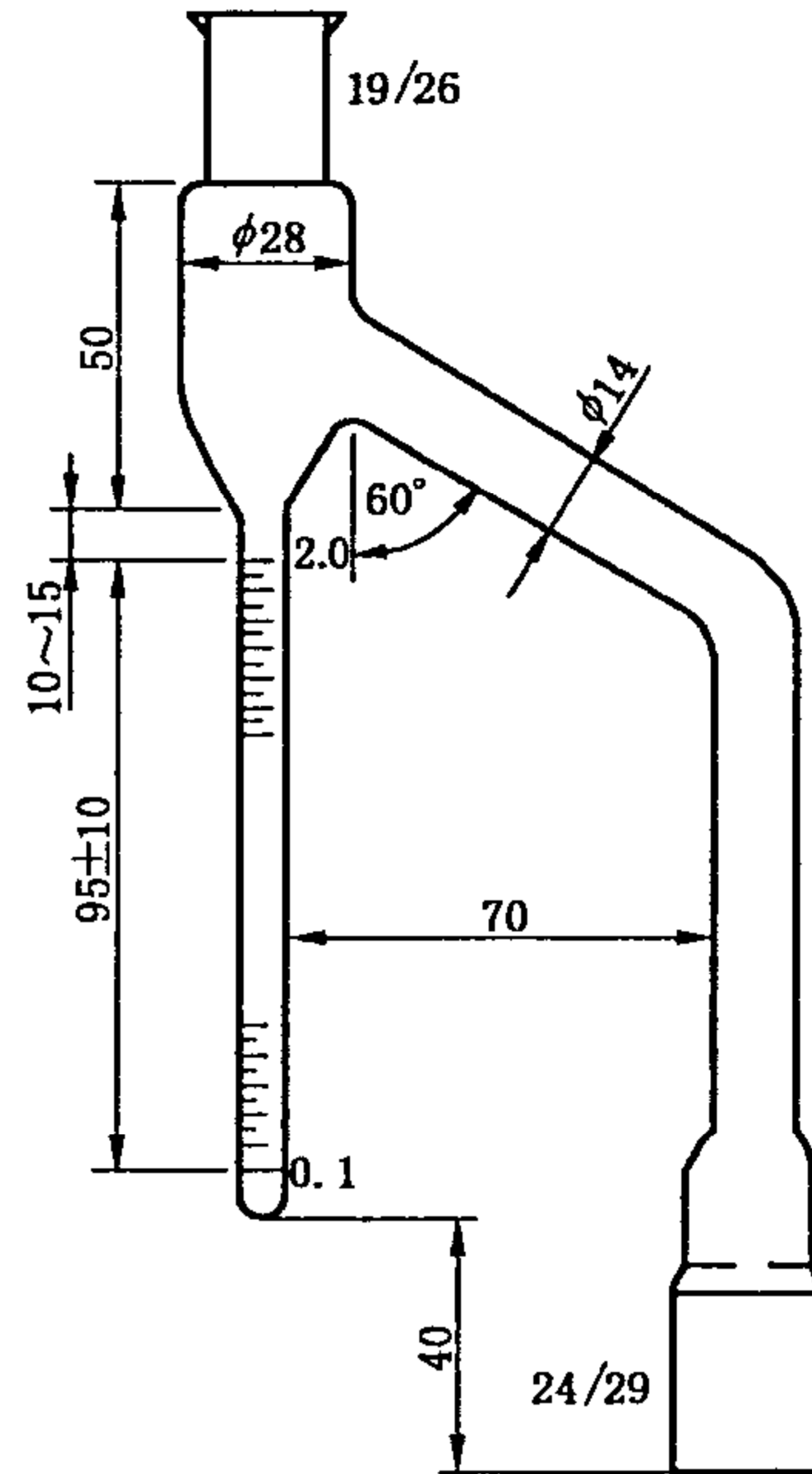


图 2

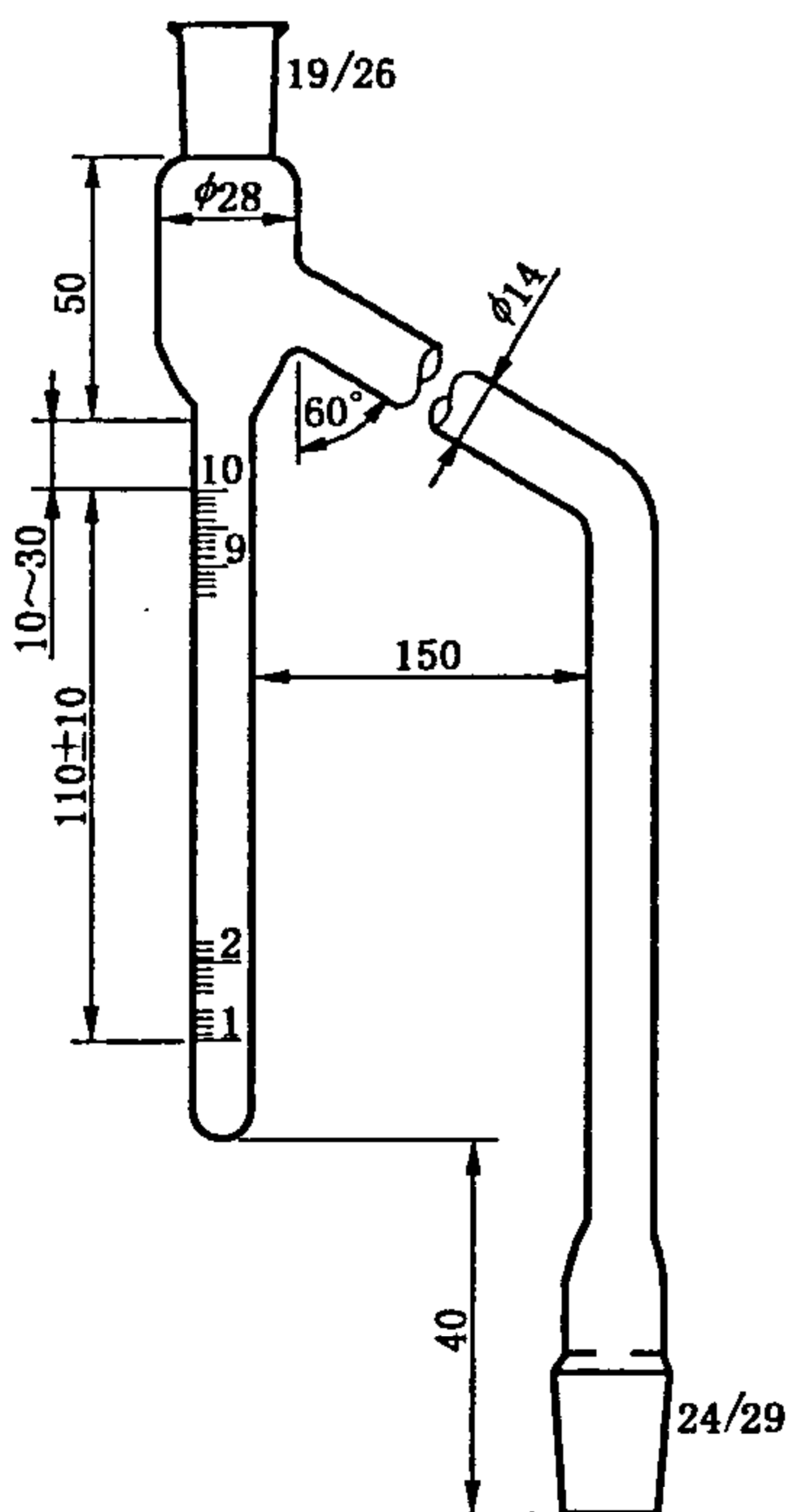


图 3

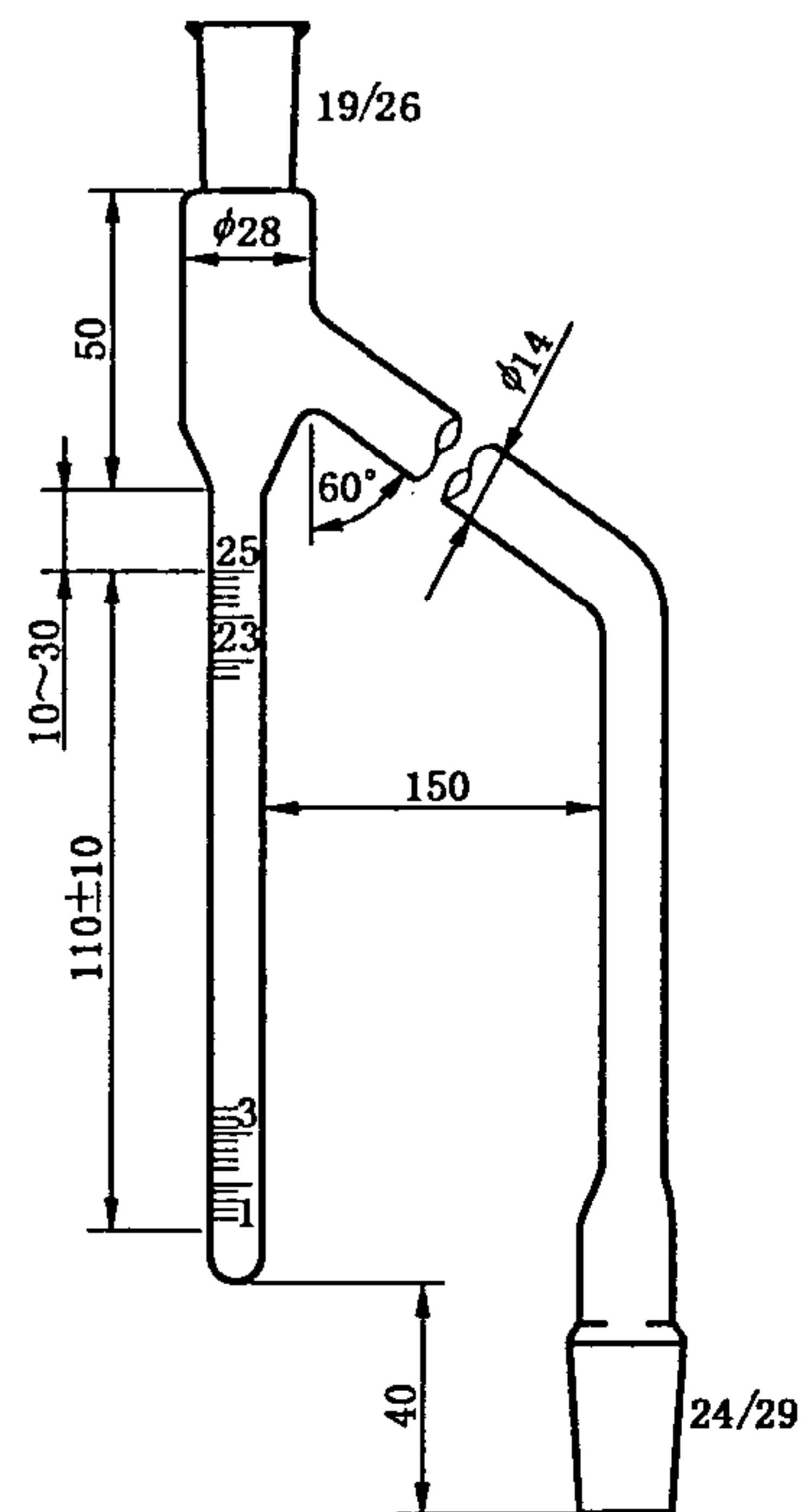
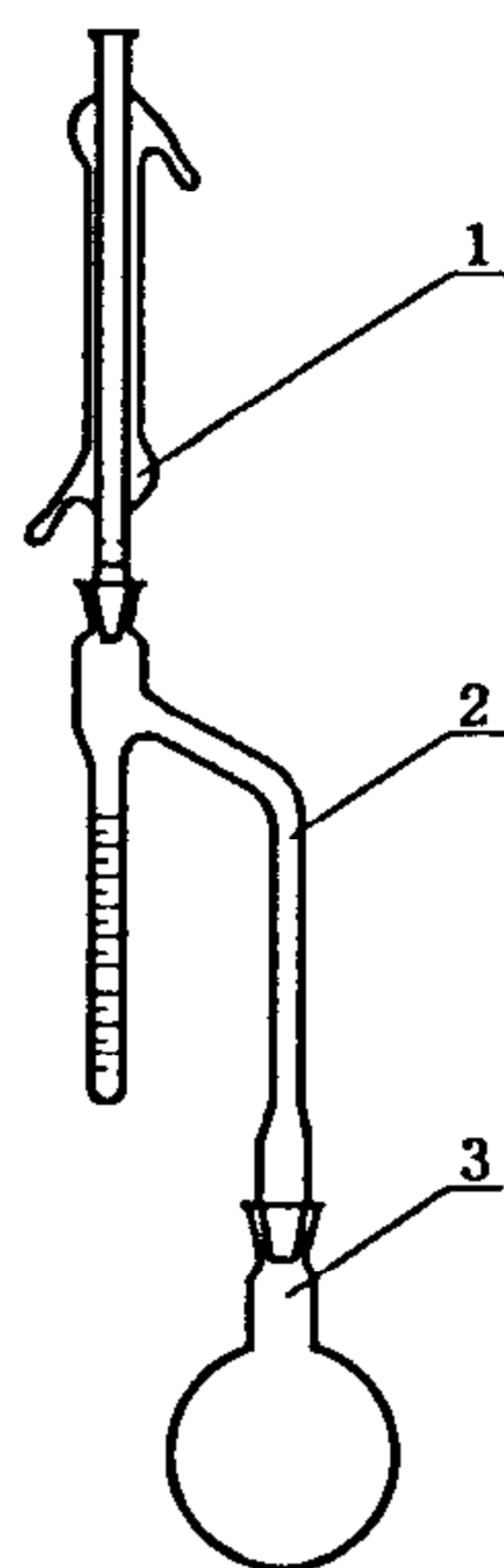


图 4



- 1——冷却管；
2——接受管；
3——蒸馏瓶。

图5 水分测定器装置图

4.4.3 加热煮沸,使冷凝液以每秒钟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,再加大火焰或增加电压,至少加热5 min后,停止蒸馏。

4.4.4 待接受管里的液体温度降到室温时,读记水层体积。如接受管内液体混浊时,则将接受管放入温水中,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(X_1)%按式(1)计算:

$$X_1 = \frac{V}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——接受管中水分的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g)。

注:假定接受管里水的密度在室温时为1.00 g/cm³。

4.6 结果报告

4.6.1 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%。

4.6.2 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、洗油、粗萘、粗酚	水分 \leq 5%	0.2	0.2
	水分 $>$ 5%	0.5	0.5
煤沥青	水分 \leq 5%	0.2	0.2
	水分 $>$ 5%	0.3	0.3
粗轻吡啶		0.5	0.5
工业酚、炭黑用原料油、木材防腐油		0.2	0.2
重质苯、固体古马隆、重苯		0.1	0.1
工业甲酚、工业二甲酚、邻甲酚、间对甲酚		0.05	0.05

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。根据试样所含的结晶水,换算游离水的含量,以质量分数表示。

5.2 仪器

5.2.1 称量瓶:直径 40 mm,高 25 mm,并附有严密的磨口塞。

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 用已恒重的称量瓶称取约 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,并进行恒重检查,每次 30 min,重复进行至最后两次称量之差小于 0.001 g。

5.4 结果计算

试样水分质量分数(X_2)%按式(2)计算:

$$X_2 = \frac{(m - m_1) - (A \times m \times x^f)}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

x^f ——试样含量,百分比(%);

m ——试样质量,单位为克(g);

m_1 ——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

结果报告水分含量,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

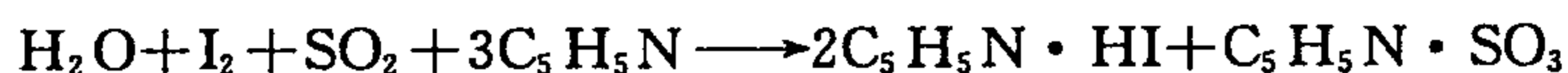
重复性 r :不大于 0.2%;

再现性 R :不大于 0.4%。

6 方法三 卡尔·费休法

6.1 原理

在含有吡啶、甲醇等有机溶剂中,试样中的水与卡尔·费休试剂发生如下反应:



根据此反应原理,利用双铂电极作指示电极,一边检测其极化电位,一边控制滴定速度直到发现滴定终点。根据滴定所消耗的卡尔·费休试剂的量,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;或亚硫酸氢钠:分析纯。

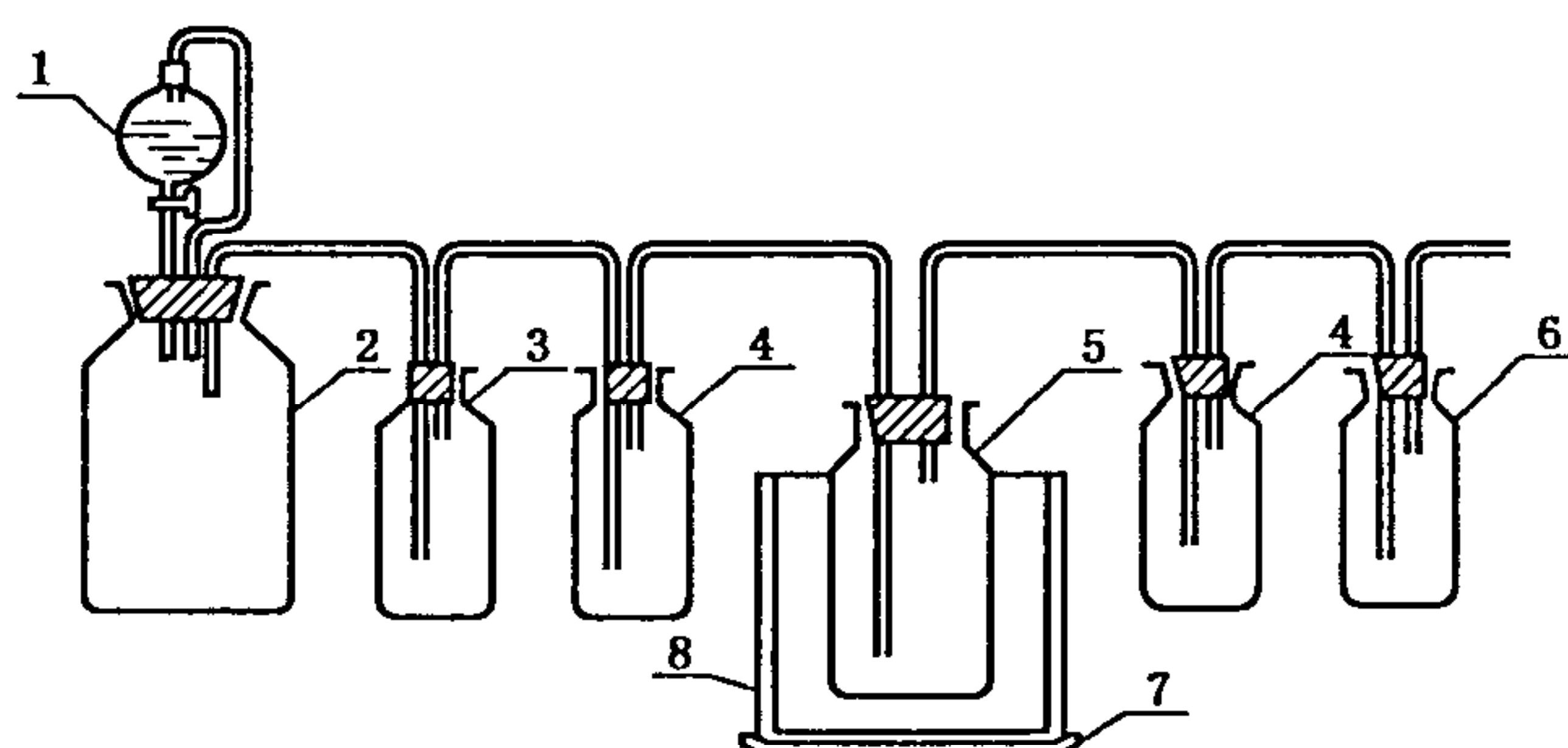
6.2.5 硫酸:分析纯,密度 1.84。

6.2.6 氢氧化钠:分析纯,40%(质量分数)溶液。

6.2.7 二次蒸馏水或去离子水。

6.2.8 卡尔·费休试剂:称取碘 65.8 g,加入到干燥的 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,通入二氧化硫不少于 55 g,所得深褐色溶液即是卡尔·费休试剂。

注:可直接使用商品化的卡尔·费休试剂。



- 1——滴液漏斗(内盛浓硫酸);
 2——亚硫酸氢钠贮瓶;
 3——浓硫酸贮瓶;
 4——空瓶;
 5——卡尔·费休试剂贮瓶;
 6——40%氢氧化钠贮瓶;
 7——台秤;
 8——冰浴。

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 微量进样器。

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 向滴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 用微量进样器将 0.005 g~0.02 g 蒸馏水加到滴定瓶中,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,或按照仪器提示,输入数值,仪器可自动输出卡尔·费休试剂水的滴定度。

6.4.1.3 卡尔·费休试剂对水的滴定度(F), mg/mL,按式(3)计算:

$$F = \frac{m}{V} \dots\dots\dots(3)$$

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·费休试剂水的滴定度。

6.4.1.5 卡尔·费休试剂对水的滴定度的重复性: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 处理过的滴定瓶中,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。当需进行空白试验时,测定并记录加入试样过程中瓶塞打开的时间。

6.4.2.2 体积法

用移液管移取适量体积的试样加入到经过 6.4.1 处理过的滴定瓶中,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。当需进行空白试验时,测定并记录加入试样过程中瓶塞打开的时间。试样的质量按式(4)计算:

$$m = D \times V_m \dots\dots\dots(4)$$

式中:

m ——试样的质量,单位为克(g);

D ——在试样采集时的温度下测得的密度,单位为克/立方厘米(g/cm³);

V_m ——试样的体积,单位为毫升(mL)。

6.4.3 空白试验

当仪器、环境等变化影响试样测定时,需进行空白试验。试验时不加试样,按 6.4.2 步骤进行,瓶塞打开时间为 6.4.2 试样测定步骤中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

水分值	试剂对水滴定度(5 mg/mL)	试剂对水滴定度(2 mg/mL)	试剂对水滴定度(1 mg/mL)
100 mg/kg~0.1%	150g(mL)~15g(mL)	60g(mL)~6g(mL)	30g(mL)~3g(mL)
0.1%~1%	15g(mL)~1.5g(mL)	6g(mL)~0.6g(mL)	3g(mL)~0.3g(mL)
1%~10%	1.5g(mL)~0.15g(mL)	0.6g(mL)~0.06g(mL)	0.3g(mL)~0.03g(mL)

6.5 结果计算

6.5.1 试样水分质量分数(X_3)%按式(5)或式(6)计算。

6.5.1.1 不进行空白试验时:

$$X_3 = \frac{V \times F}{m \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(5)$$

式中:

F ——卡尔·费休试剂对水的滴定度,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:

$$X_3 = \frac{(V - B) \times F}{m \times 1\,000} \times 100 \dots\dots\dots(6)$$

式中:

F ——卡尔·费休试剂对水的滴定度,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);

B ——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 若仪器设定为自动输出结果,则直接从仪器上记录最终分析结果。

6.6 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。

6.7 精密度

重复性 r :不大于 0.03%。
