

中华人民共和国煤炭行业标准

MT/T 741—20XX
代替 MT/T 741-1997

煤系高岭岩三氧化二铝浸出率测定方法

Determination of the rate aluminium oxide from kaolinite in coal measures

(报批稿)

20XX - XX - XX 发布

20XX - XX - XX 实施

中华人民共和国国家安全生产管理总局
发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法提要	1
4 试剂	1
5 仪器设备	2
6 试样制备	3
7 测定步骤	3
8 结果计算	5
9 精密度	5
10 试验报告	5

前 言

本标准代替MT/T 741—1997《煤系高岭岩三氧化二铝浸出率测定方法》。

本标准与MT/T 741—1997相比，主要变化如下：

- 在“2 规范性引用文件”中，增加引用标准 GB 474《煤样的制备方法》；
- 在“4 试剂”中，删除了“4.1~4、4.6~7、4.10~12、4.17、4.22、4.24”，增加“4.16 其它试剂同GB/T 14563-2008 规定”；
- 在“4.11”中，硫酸铜($\text{CuSO}_4 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$)的称量质量修正为8.7388g；
- 在“5 设备”中，增加“5.10 其它仪器设备同GB/T 14563 规定”；
- 在“7.2.2.3 ”中，二氧化钛对三氧化二铝的换算因数修正为“0.6381”，三氧化二铁对三氧化二铝的换算因数修正为“0.6384”。
- 增加“10 试验报告”

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：煤炭科学研究总院西安研究院。

本标准主要起草人：李育辉、田新娟、龙亚平、张培元、任忠胜。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- MT/T 741—1997。

煤系高岭岩三氧化二铝浸出率测定方法

1 范围

本标准规定了测定煤系高岭岩三氧化二铝浸出率的试剂、仪器设备、试样制备、测定步骤、结果计算、精密度及试验报告。

本标准适用于煤系高岭岩。

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，仅所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 474 煤样的制备方法（GB 474—2008，ISO 18283:2006, Hard coal and coke—Manual sampling, MOD）

GB/T 14563-2008 高岭土及其试验方法

3 方法提要

将煤系高岭岩破碎、研磨至规定粒度，在一定温度下灼烧，先测定试样中三氧化二铝质量分数，再测定硫酸浸出三氧化二铝质量分数。根据试样中三氧化二铝质量分数与硫酸浸出三氧化二铝质量分数，计算煤系高岭岩三氧化二铝浸出率。

4 试剂

4.1 氨水：密度 $0.9\text{g}/\text{cm}^3$ 。

4.2 盐酸：密度 $1.19\text{g}/\text{cm}^3$ 。

4.3 硫酸：密度 $1.84\text{g}/\text{cm}^3$ 。

4.4 氨水溶液（1+1）：将氨水与等体积水混合。

4.5 盐酸溶液（1+1）：将盐酸与等体积水混合。

4.6 硫酸溶液（1+1）：将硫酸在不断搅拌下缓慢倒入等体积水中。

4.7 硫酸溶液（1+5）：将 1 份硫酸在不断搅拌下缓慢倒入 5 份水中。

4.8 乙酸—乙酸铵缓冲溶液：将 77.00 g 乙酸铵溶于 500 mL 水中，加入 58.9 mL 冰乙酸，再用水稀释至 1000 mL。此溶液 pH 值为 4.5。

4.9 乙酸—乙酸钠缓冲溶液：将 136.00 g 乙酸钠 ($\text{NaAc}\cdot 3\text{H}_2\text{O}$) 溶于适量水中，加入 3.3 mL 冰乙酸，再用水稀释至 1000 mL。此溶液 pH 值为 6.0。

4.10 硫酸铜溶液 [$c(\text{CuSO}_4)=0.035\text{ mol/L}$]：将 8.7388 g 硫酸铜 ($\text{CuSO}_4\cdot 5\text{H}_2\text{O}$) 溶于已加入 5 滴硫酸溶液 (4.6) 的 200 mL 水中，再用水稀释至 1000 mL。

准确吸取 EDTA 标准溶液 20 mL 于 250 mL 烧杯中，用水稀释至 100 mL，加乙酸—乙酸铵缓冲溶液 20 mL 及亚硝基红盐指示剂 2 mL，用硫酸铜溶液滴定，溶液由黄色经翠绿色突变为草绿色为终点。

每毫升硫酸铜溶液相当于EDTA标准溶液的体积 K 按式(1)计算:

$$K = \frac{V_{EDTA}}{V} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

V_{EDTA} —吸取 EDTA 标准溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V —滴定时消耗硫酸铜溶液体积, 单位为毫升 (mL)。

4.11 EDTA 标准溶液 [$c(\text{EDTA})=0.035 \text{ mol/L}$]:

将13.00 g 乙二胺四乙酸二钠溶于 300 mL水中, 再用水稀释至 1 000 mL。

标定: 准确吸取氧化锌标准溶液20 mL于 250 mL烧杯中, 用水稀释至 100 mL, 加乙酸—乙酸钠缓冲溶液20 mL及二甲酚橙指示剂3滴, 用EDTA标准溶液滴定, 溶液由红色变为黄色为终点。

EDTA 标准溶液的浓度 c (mol/L) 按式(2)计算:

$$c = \frac{c_{\text{ZnO}} \times V_{\text{ZnO}}}{V_{EDTA}} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

c_{ZnO} —氧化锌标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

V_{ZnO} —吸取氧化锌标准溶液体积, 单位为毫升 (mL);

V_{EDTA} —滴定时消耗 EDTA 标准溶液体积, 单位为毫升 (mL)。

EDTA 标准溶液对三氧化二铝的滴定度 T (mg/mL) 按式(3)计算:

$$T = c \times 50.98 \dots\dots\dots (3)$$

式中:

c —EDTA 标准溶液浓度, 单位为摩尔每升 (mol/L);

50.98—与 1.00 mL EDTA 标准溶液 [$c(\text{EDTA})=1.00 \text{ mol/L}$] 相当的三氧化二铝的质量, 单位为克每摩尔 (g/mol)。

4.12 氧化锌标准溶液 [$c(\text{ZnO})=0.01 \text{ mol/L}$]:

称取经 900℃灼烧过的基准氧化锌 0.813 8 g 于 250 mL 烧杯中, 用 20 mL 盐酸溶液溶解, 移入 1 000 mL 容量瓶中, 用水稀释至刻度, 摇匀。

4.13 甲基橙指示剂: 1g/L, 0.1g 甲基橙溶于 100 mL 水中。

4.14 亚硝基红盐指示剂: 2g/L, 0.2g 亚硝基红盐溶于 100 mL 水中。

4.15 二甲酚橙指示剂: 2g/L, 0.2g 二甲酚橙溶于 100 mL 水中。

4.16 其它试剂同 GB/T 14563-2008 规定。

5 仪器设备

5.1 马弗炉: 带有控温装置, 能保持温度为 $(750 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

5.2 水浴锅: 能自动控温, 保持温度为 $(98 \pm 2)^\circ\text{C}$ 。

5.3 电动搅拌器, 转速可调。

5.4 真空泵, 抽气速率 $\geq 0.5 \text{ L/s}$, 真空度 $> 80 \text{ kPa}$ 。

5.5 瓷舟: 6cm×12cm。

5.6 圆底烧瓶: 500 mL。

5.7 具支锥形瓶: 1000 mL。

5.8 布氏漏斗: 直径 125 mm。

5.9 广口瓶: 500 mL。

5.10 其它仪器设备同 GB/T 14563-2008 规定。

6 试样制备

6.1 参照 GB 474 规定，将煤系高岭岩破碎、缩分、研磨至小于 0.15mm。

6.2 称取 50g 样品于瓷舟中，铺平，放入马弗炉内，从室温升至 $(750\pm 10)^\circ\text{C}$ ，在此温度下灼烧 60min，取出，放入干燥器内。

7 测定步骤

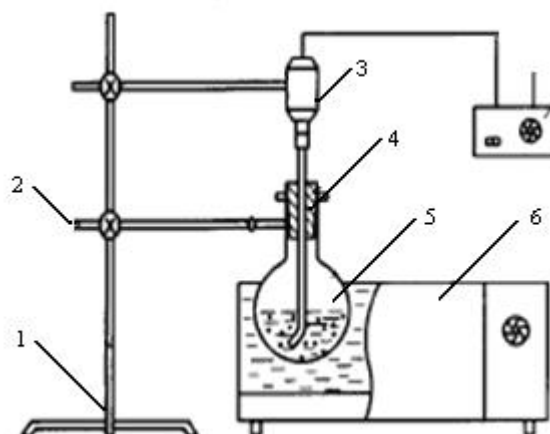
7.1 试样三氧化二铝的测定

按照 GB/T 14563-2008 规定测定。

7.2 试样浸出三氧化二铝的测定

7.2.1 测定溶液的制备

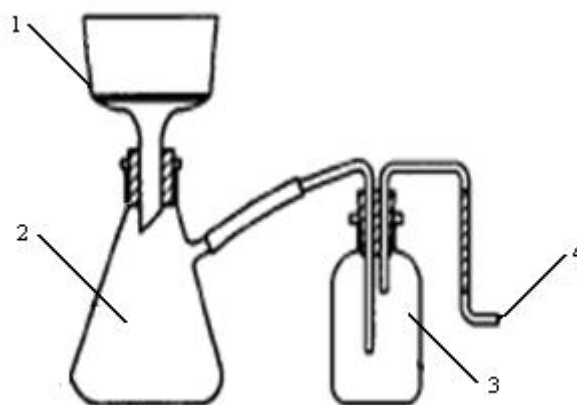
7.2.1.1 称取 25g（准确至 0.02g）试样，置于 500mL 圆底烧瓶中，加入硫酸溶液(4.7) 150 mL，按图 1 所示安装好仪器。通电升温至水浴温度为 $(98\pm 2)^\circ\text{C}$ 时，开动搅拌器，在此温度下浸取 80min。



- 1——铁支架；
- 2——铁夹；
- 3——电动搅拌器；
- 4——带孔橡皮塞；
- 5——圆底烧瓶；
- 6——水浴锅。

图 1 浸取反应装置图

7.2.1.2 按图 2 所示，安装好减压抽气过滤装置，趁热过滤，用热蒸馏水(约 300 mL)冲洗滤渣(4~5)次。



- 1——布氏漏斗；
2——具支锥形瓶；
3——广口瓶；
4——真空泵连接管。

图 2 减压抽气过滤装置图

7.2.1.3 将滤液冷却至室温，移入 500mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。用移液管吸取该溶液 5mL 于 100mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀，为 A 溶液。

7.2.2 浸出三氧化二铝质量分数的测定

7.2.2.1 浸出二氧化钛的测定

用移液管吸取 A 溶液 20mL，按 GB/T 14563-2008 中 5.2.4 规定测定。

浸出二氧化钛质量分数 J_1 (%) 按式 (4) 计算：

$$J_1 = \frac{m_1 \times 500}{m_0 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (4)$$

式中：

m_1 —自标准曲线中查得二氧化钛的毫克数，单位为毫克 (mg)；

m_0 —试样质量，单位为克 (g)。

7.2.2.2 浸出三氧化二铁的测定

用移液管吸取 A 溶液 20mL，按 GB/T 14563-2008 中 5.2.3.4.1 规定测定。

浸出三氧化二铁占试样质量分数 J_2 (%) 按式 (5) 计算：

$$J_2 = \frac{m_2 \times 500}{m_0 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (5)$$

式中：

m_2 —自标准曲线中查得三氧化二铁的毫克数，单位为毫克 (mg)；

7.2.2.3 浸出三氧化二铝的测定

用移液管吸取 A 溶液 20mL 于 250mL 烧杯中，加甲基橙指示剂 1 滴，用氨水调节溶液由红色变为橙色，准确加入 EDTA 标准溶液 20mL 和乙酸—乙酸铵缓冲溶液 20mL，用水稀释至 100mL，取小块滤纸压于玻璃棒下，加盖表面皿，于电炉上煮沸 3min，取下冷却至室温，用水冲洗表面皿及杯壁，加亚硝基红盐指示剂 2mL，以硫酸铜溶液进行滴定，溶液由黄色经翠绿色突变为草绿色为终点。

浸出三氧化二铝占试样质量分数 J_3 (%) 按式(6)计算：

$$J_3 = \frac{(20 - V \times K) \times T \times 500}{m_0 \times 1000} \times 100 - J_1 \times 0.6381 - J_2 \times 0.6384 \dots\dots\dots (6)$$

式中：

V —滴定时消耗硫酸铜溶液的体积，单位为毫升 (mL)；

$\frac{0.638}{1}$ —二氧化钛对三氧化二铝的换算因数；

$\frac{0.638}{4}$ —三氧化二铁对三氧化二铝的换算因数。

8 结果计算

煤系高岭岩三氧化二铝浸出率 L (%) 测定结果按式(7)计算：

$$L = \frac{J_3}{X} \times 100 \dots\dots\dots (7)$$

式中：

J_3 —浸出三氧化二铝质量分数，%；

X —试样三氧化二铝质量分数，%。

测定结果修约到第二位小数。

9 精密度

煤系高岭岩三氧化二铝浸出率测定的重复性限如表 1 规定。

表 1 三氧化二铝浸出率测定的精密度

三氧化二铝浸出率/%	重复性限
L	1.50

10 试验报告

试验结果报告应包括以下信息：

- a) 样品编号；
- b) 依据标准；
- c) 试验结果；
- d) 与标准的任何偏离；
- e) 测试过程中出现的任何异常现象；
- f) 试验日期。