

中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T XXXX -XXXX

焦炉煤气 煤焦油含量的测定 分光光度法

Coke oven gas - Determination of coal tar content - Spectrophotometric method

(报批稿)

XXXX-XX-XX 发布

XXXX-XX-XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会（SAC/TC183）归口。

本文件起草单位：宁波钢铁有限公司、山东晨阳新型碳材料股份有限公司、冶金工业信息标准研究院、鞍山市科翔仪器仪表有限公司。

本文件主要起草人：王雪红、王剑云、祁巍、张海霞、闫桂林、徐昱、常利民、李馨泉、任艳、郑景须。

# 焦炉煤气 煤焦油含量的测定 分光光度法

**警告——实验室要有良好通风设施。使用者要有防护手套、防护眼镜、防护面罩等防护用品。采取适当的安全和健康措施，保证符合国家有关法规规定的条件。**

## 1 范围

本文件规定了焦炉煤气中煤焦油含量测定的试剂和材料、仪器和设备、测试步骤、试验结果、允许差和试验报告。

本文件适用于焦炉煤气中煤焦油含量测定。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 2288 焦化产品水分测定方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

## 3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

## 4 原理

依据朗伯一比耳定律，用一定波长的紫外光测定用二甲苯吸收的煤焦油溶液，再与已绘制的校准曲线比较得出煤气中煤焦油含量。

## 5 试剂或材料

5.1 二甲苯，分析纯。

5.2 冰乙酸，分析纯。

5.3 乙酸铅 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ ，分析纯。

5.4 硫酸溶液，10%。

5.5 硫酸铜溶液，100g/L。

5.6 乙酸铅溶液 $[\text{Pb}(\text{CH}_3\text{COO})_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ ，50g/L。

称取5g乙酸铅（5.3），溶于70mL水中，加1mL冰乙酸（5.2），用水稀释到100mL。

5.7 煤焦油标准储备溶液，1000mg/L。

### 5.7.1 滤纸的准备

中速定量滤纸在二甲苯溶液中浸泡 24h 以上，取出在通风橱中晾干。放入称量瓶中，开

盖，在烘箱 110℃±2℃烘干，盖上称量瓶瓶盖，干燥器中冷却到室温，称量，直至干燥到恒重，记下质量（ $m_1$ ）。

#### 5.7.2 煤焦油标准储备溶液配制

称取 1.0g（精确至 0.0001g）煤焦油到 50mL 烧杯，少量二甲苯溶解，可微热加速溶解。用滤纸（5.7.1）过滤到 1000mL 容量瓶中，将烧杯中煤焦油全部转移到滤纸上，用二甲苯洗涤，直至流下来的滤液无黄色为止，用二甲苯定容，摇匀。将滤纸（5.7.1）与滤渣在通风橱中晾干，放入称量瓶中，开盖，在烘箱 110±2℃烘干，盖上称量瓶瓶盖，干燥器中冷却到室温，称量，直至干燥到恒重，记下质量（ $m_2$ ）。

使用本厂同时期相同炼焦煤配比的煤焦油作标准样品；当配煤比及焦炉加热工艺发生较大变化时，煤焦油标准样品需要重新配制。

5.7.3 煤焦油标准储备溶液浓度  $\varphi$ ，单位以毫克每升（mg/L）表示，按公式（1）计算：

$$\varphi = \frac{m_0(1-X) + m_1 - m_2}{1000} \times 10^6 \dots\dots\dots (1)$$

式中： $m_0$ —煤焦油的质量，单位为克（g）；

X—煤焦油的水含量质量分数，按 GB/T2288 测定，质量百分数（%）；

$m_1$ —称量瓶和滤纸烘干后的质量，单位为克（g）；

$m_2$ —称量瓶和滤纸、滤渣烘干后的质量，单位为克（g）；

1000—容量瓶的体积，单位为毫升（mL）。

## 6 仪器和设备

6.1 紫外分光光度计，配有带盖的 10mm 石英比色皿。

6.2 气体吸收瓶：50mL，250mL。

6.3 容量瓶：50mL，100mL，1000mL。

6.4 氯化钙干燥塔。

6.5 湿式气体流量计：0.5 m<sup>3</sup>/h，分度值 0.02L。

6.6 离心机，离心试管。

6.7 大气压力计：分度值 0.1kPa。

6.8 温度计：分度值 1℃。

6.9 U 型压力计：分度值 10Pa。

6.10 量筒：50mL。

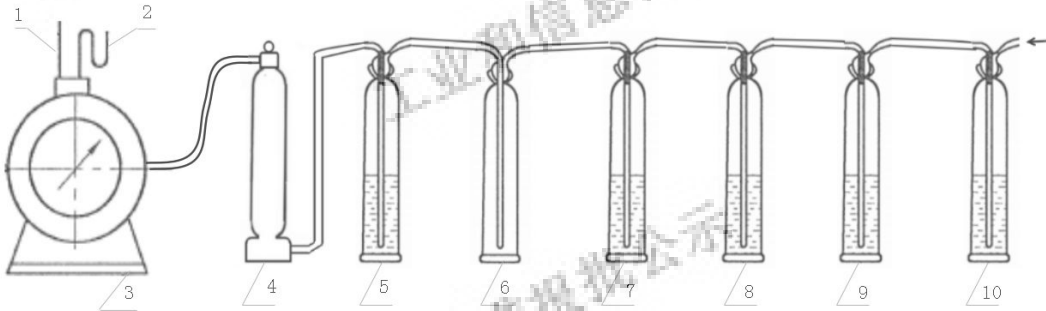
## 7 测定步骤

## 7.1 取样位置及要求

取样点应选在气流平稳的直管段管道上,与管道弯曲部分和截面形状急剧变化部分距离不小于管道直径的1.5倍。将内径8mm,壁厚1mm的不锈钢取样管,插入煤气主管中心1/3半径处,开口方向对准气流方向。煤气管外至吸收瓶的距离应尽量短。取样管出口前应装取样阀。

## 7.2 取样装置

取样装置示意图见图1。



说明:

- 1——温度计;
- 2——U型压力计;
- 3——湿式气体流量计;
- 4——装有氯化钙的干燥塔;
- 5、6、7、8——250mL气体吸收瓶;
- 9、10——50mL气体吸收瓶。

图1 煤焦油取样装置示意图

## 7.2 吸收

- 7.2.1 在5号气体吸收瓶中加入约100ml硫酸铜溶液(5.5)。
- 7.2.2 在7号气体吸收瓶中加入约100ml乙酸铅溶液(5.6)。
- 7.2.3 在8号气体吸收瓶中加入约100ml硫酸溶液(5.4)。
- 7.2.4 在9号、10号气体吸收瓶中加入约25ml二甲苯(5.1)。
- 7.2.5 所有洗气瓶气体入管应保持在液面以下。
- 7.2.6 按图1连接,检查装置气密性,确认系统严密后,记下流量计读数( $V_1$ )。
- 7.2.7 取样前,打开取样阀排气2 min以上,将管内残余气体及水分排尽。
- 7.2.8 缓慢打开开关,在取样过程中应注意流速,防止过快或过慢,调节煤气流速为3.5 L/min~4.0 L/min。记录取样时的煤气平均温度( $t$ )、煤气压力( $b$ )及大气压力( $P$ )。
- 7.2.9 取样量一般为20L~100 L,控制试样吸光度在校准曲线线性范围内。取样结束后,关闭取样阀,记录流量计读数( $V_2$ )。
- 7.2.10 取样过程中,发现二甲苯吸收剂明显减少,应适量补充。

## 7.3 比色

将两个吸收瓶内二甲苯吸收液全部移入100mL干燥容量瓶中,用二甲苯(5.1)少量多次洗涤取样管及吸收瓶内部,移入容量瓶后用二甲苯(5.1)稀释至刻度,摇匀。移入10mm石

英比色皿中，用适当波长，以二甲苯（5.1）作参比进行比色。

定容后的煤焦油试样，如含有水份或乳化状、杂质物，可用离心机分离出油层样和水层与杂质，取出油层样进行比色。

分析试样前，在波长 250nm~450nm 区间内做光谱扫描，根据光谱图吸收峰来选择最大吸收波长或次灵敏波长，试样和标准样品的光谱图应相类似，否则应重新配制标准储备溶液。

#### 7.4 校准曲线绘制

移取煤焦油标准储备溶液，配制成：0mg/L、2.00mg/L、4.00mg/L、6.00mg/L、8.00mg/L、10.00mg/L煤焦油标准溶液系列，在同样条件下进行比色，以测得的吸光度为纵坐标，相对应的煤焦油含量（mg/L）为横坐标，绘制校准曲线。

### 8 试验结果

8.1 焦炉煤气中煤焦油含量  $\omega$ ，单位以毫克每立方米（mg/m<sup>3</sup>）表示，数值修约按GB/T 8170的规定进行，修约到小数点后两位。计算按公式（2）进行：

$$\omega = \frac{(C_1 - C_0) \times V}{V_0} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

$C_1$ —试样在校准曲线上的读数，单位为毫克每升（mg/L）；

$C_0$ —空白试剂在校准曲线上的读数，单位为毫克每升（mg/L）；

$V$ —试样定容体积，单位为毫升（mL）；

$V_0$ —焦炉煤气取样体积换算为标准状态下的干取样气体体积  $V_0$ ，单位为升（L）。

8.2 标准标准状态下的干取样气体体积  $V_0$ ，单位为升 L, 计算公式见式（3）：

$$V_0 = (V_2 - V_1) \times f \times \frac{273.15}{273.15 + t} \times \frac{P + b - W}{101.325} \dots\dots\dots (3)$$

式中：

$V_1$ —取样前流量计读数，单位为升（L）；

$V_2$ —取样后流量计读数，单位为升（L）；

$f$ —湿式气体流量计的校正系数；

$t$ —取样时煤气的平均温度的数值，单位为摄氏度（℃）；

$P$ —取样时大气压力的数值，单位为千帕（kPa）；

$b$ —取样时煤气压力的数值，单位为千帕（kPa）；

$W$ —取样时煤气温度下的饱和水蒸气压力的数值，单位为千帕（kPa）。

### 9 允许差

煤焦油含量允许差应符合表 1 的规定。

表 1 测定范围与允许差

测定范围 mg/m <sup>3</sup>	允许差 mg/m <sup>3</sup>
≤10	≤0.50
>10	≤1.00

## 10 试验报告

试验报告应至少包含下列信息：

- 识别样品、实验室和分析日期等资料；
- 执行标准（包括发布或出版年号）；
- 遵守本文件规定的程度；
- 分析结果及其表示；
- 测定中观察到的异常现象；
- 本文件未规定的操作，或任何可能影响结果的操作。