



中华人民共和国煤炭工业部部标准

MT/T 158—87

煤矿井下用岩粉和浮尘成分 测定方法

本文件由矿山安全标准服务平台免费向社会提供，更多标准文件请关注矿山安全标准化技术委员会公众号，或通过国家矿山安全监察局-服务互动-矿山安全标准服务平台获取

根据国家矿山安全监察局公告（2026年 第2号），
自2026年4月21日起标准号变更为：KA/T 158—1987。

1987-09-30 发布

1987-11-01 实施

中华人民共和国煤炭工业部 发布

目 次

1 游离二氧化硅的测定	1
2 砷的定性测定	2
3 氧化钙的测定	3
4 五氧化二磷的测定	4
5 可燃物的测定	5
附录 A 用氢氟酸处理沉淀测定游离二氧化硅的方法(补充件)	8
A.1 器具	8
A.2 试剂	8
A.3 测定步骤	8
A.4 结果计算	8

煤矿井下用岩粉和浮尘成分 测定方法

本标准适用于煤矿井下用岩粉原料和浮尘的测定。除游离二氧化硅外,其他项目测定只适用于石灰岩。

1 游离二氧化硅的测定

方法要点:在 240 ± 5 °C 温度下,焦磷酸能溶解硅酸盐及金属氧化物等,而对游离二氧化硅不溶。用焦磷酸处理岩样后,所得残渣的质量,即为游离二氧化硅的量。

1.1 仪器、设备

- a. 分析天平:感量 0.1 mg;
- b. 箱形电炉:带有热电偶高温计,能升温到 900 °C,并可调节温度,通风良好;
- c. 晃动加热装置: 240 ± 5 °C;
- d. 锥形瓶:50 ml;
- e. 长颈漏斗:直径 75 mm;
- f. 烧杯:250 ml,400 ml;
- g. 干燥器:内装变色硅胶或无水氯化钙;
- h. 瓷坩埚:20~25 ml。

1.2 试剂

- a. 磷酸(GB 1282—77):化学纯,浓度 85%以上;
- b. 盐酸(GB 622—77):分析纯;
- c. 硝酸铵(GB 659—77):分析纯;
- d. 石蕊试纸(或广泛试纸);
- e. 水:蒸馏水。

1.3 测定步骤

1.3.1 准确称取通过 200 目筛的试样 0.1~0.2 g(称准到 0.000 2 g)(对煤尘或含煤尘的粉尘,应预先在 625 ± 25 °C 温度条件下灰化,称取灰样),放入 50 ml 锥形瓶中,加入 15 ml 磷酸及约 5 mg 硝酸铵,再将锥形瓶置于晃动装置上加热(如果条件不具备,也可采用人工晃动。用 0~300 °C 分度值 2 °C 温度计。仲裁时,须采用晃动加热装置)至 240 ± 5 °C 保持 10 min。

1.3.2 取下锥形瓶,冷至约 60 °C,将内容物缓慢移入盛有 40 ml 约 80 °C 蒸馏水的 250 ml 烧杯中,不断搅拌,充分混匀,并用热水或 0.1 mol/L(原 0.1N)HCl 洗锥形瓶数次,使最后体积为 150~200 ml。

1.3.3 用慢速定量滤纸过滤,并用热水洗至滤液呈中性(以石蕊试纸或广泛试纸检验),并无氯离子为止。

1.3.4 将沉淀连同滤纸移入已知质量的瓷坩埚中,先在低温下灰化滤纸,然后在温度为 850 ± 10 °C 箱形电炉中灼烧 40 min,取出坩埚,在空气中稍加冷却后,再放入干燥器中冷却到室温后称重。若沉淀灼烧后,沉淀颜色不白时,可用附录 A 的方法处理,以氢氟酸处理后的损失量作为游离二氧化硅的量。

1.3.5 对每批试剂,应按本标准 1.3 不加试样进行空白测定,平行测定二次,取其算术平均值作为空白值。

1.4 结果计算

测定结果按式(1)计算:

$$\text{SiO}_2 = \frac{m_1 - m_2}{m} \times 100$$

.....(1)

式中：SiO₂——游离二氧化硅百分含量，%；
m₁——灼烧后沉淀质量，g；
m₂——空白测定的游离二氧化硅质量，g；
m——试样质量，g。
计算结果取小数后一位，按数字修约规则修约到个位。

1.5 允许差

同一试验室平行测定的差值不得超过下表规定：

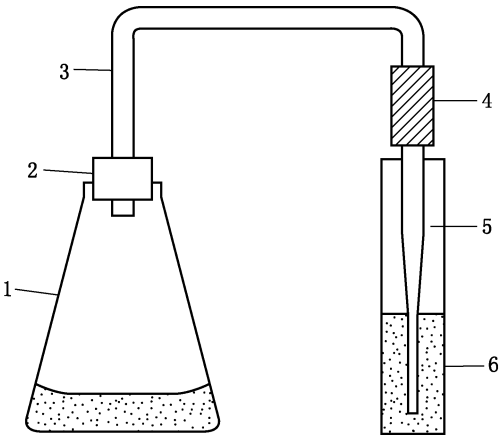
游离二氧化硅含量，%	允许差，%
≤5	0.5
5~10	1.0
10~20	1.5
>20	2.0

2 砷的定性测定

方法要点：试样用氯酸钾、盐酸加热分解后，将五价砷还原成三价，加入锌粒使砷以砷化氢的形式析出，吸收在碘溶液中，最后以砷钼蓝的形式显色，并与空白测定结果进行比较，以确定试样中砷的有无。

2.1 仪器、设备

- a. 分析天平：感量 0.1 mg；
- b. 分光光度计：波长范围 360~800 nm；
- c. 比色管：25 ml；
- d. 锥形瓶：150 ml；
- e. 砷化氢发生装置：(如图)。



1—锥形瓶；2—橡皮塞；3—玻璃导管；4—乳胶管；
5—玻璃毛细管；6—比色管
砷化氢发生装置示意图

2.2 试剂

- a. 盐酸(GB 622—77):分析纯,密度 1.19 g/ml;
- b. 硫酸(GB 625—77):分析纯,浓度(H_2SO_4)2.5 mol/L(原 5N);
- c. 氯酸钾(GB 645—77):分析纯;
- d. 碘化钾(GB 1272—77):分析纯,15%水溶液;
- e. 酒石酸(GB 1294—77):分析纯,15%水溶液;
- f. 氯化亚锡(GB 638—78):分析纯,20%盐酸溶液;
称 20 g 氯化亚锡溶于 100 ml 盐酸中。
- g. 碘(GB 675—77):分析纯;
- h. 四硼酸钠(GB 632—78):分析纯;
- i. 吸收溶液:5 g 碘和 10 g 碘化钾用少量水溶解后,加入 5.7 g 四硼酸钠和 12 ml 硫酸,再用水稀释至 2 L;
- j. 无砷金属锌(HGB 3073—59):分析纯,颗粒状,粒径约 5 mm;
- k. 酒石酸锑钾:化学纯,0.55%水溶液;
- l. 钼酸铵(GB 657—79):分析纯,4%水溶液;
- m. 抗坏血酸:分析纯,3%水溶液(现用现配);
- n. 混合显色剂:50 ml 2.5 mol/L 硫酸溶液(见 2.2b),加入 30 ml 抗坏血酸溶液(见 2.2m)、15 ml 钼酸铵溶液(见 2.2l)、5 ml 酒石酸锑钾溶液(见 2.2k),混匀(现用现配)。

2.3 测定步骤

- 2.3.1 称取通过 160 目、在 105~110 °C 干燥 1 h 的试样 0.5 g(称准至 0.000 2 g)于 150 ml 锥形瓶中,加入 0.2 g 氯酸钾和 10 ml 盐酸,摇匀。置于电热板上加热 1~2 min,至瓶内无黄色气体、溶液冒大气泡时,立即取下。
- 2.3.2 冷却后补加盐酸 2 ml、硫酸 10 ml 和蒸馏水 25 ml,然后依次加入碘化钾溶液 2 ml、酒石酸溶液 2 ml、氯化亚锡溶液 1 ml(每加入一种试剂均须摇匀)。
- 2.3.3 放置 15 min 后加入 4 g 锌粒,按图迅速将锥形瓶与已盛有 10 ml 吸收溶液的比色管连接反应 1 h 后取下导管,以少量水冲洗玻璃导管,往比色管中加入 4 ml 混合显色剂,立即以水稀释至刻度,摇匀。
- 2.3.4 2 h 后在 700 nm 处与按上述同样测定步骤显色的空白溶液进行比色,以确定试样中砷的有无。

3 氧化钙的测定

方法要点:以三乙醇胺掩蔽铁、铝、钛、锰等离子,在 pH 大于 12.5 的条件下,用钙黄绿素-百里酚酞混合指示剂,以 EDTA 标准溶液滴定。

3.1 仪器、设备

- a. 分析天平:感量 0.1 mg;
- b. 滴定管:50 ml。

3.2 试剂

- a. 盐酸(GB 622—77):分析纯,1:1,1:2 溶液;
- b. 三乙醇胺:分析纯,1:2 水溶液;
- c. 氯化钾(GB 646—77):分析纯;
- d. 碳酸钙(HG 3—1066—77):优级纯;
- e. 乙二胺四乙酸二钠(GB 1401—78):分析纯;
- f. 氢氧化钾(GB 2306—80):分析纯,30%水溶液,贮于聚乙烯瓶中;
- g. 钙黄绿素-百里酚酞混合指示剂:称取钙黄绿素 0.20 g 和百里酚酞(HG 3—961—76)0.12 g,与

预先经 105~110 °C 干燥的氯化钾(见 3.2C)4 g 研磨混匀,贮于磨口瓶中,存放于干燥器内;

h. 氧化钙标准溶液:每毫升相当于 1 mg 氧化钙。准确称取预先经 130±5 °C 干燥 1 h 的优级纯碳酸钙(见 3.2d)1.784 8 g 于 400 ml 烧杯中,加水约 100 ml,盖上表面皿,徐徐加入 1:1 盐酸 10 ml,待溶解完全后,煮沸驱尽二氧化碳,用水冲洗表面皿及杯壁,取下冷却,转入 1 000 ml 容量瓶中,加水稀释到刻度,摇匀。

1. EDTA 标准溶液:浓度($C_{10}H_{14}N_2O_3Na_2 \cdot 2H_2O$)0.008 mol/L(原 0.008 M)。称取分析纯 EDTA (见 3.2e)3.0 g 于 250 ml 烧杯中,用水溶解并稀释到 1 000 ml,摇匀,标定方法如下:

准确吸取氧化钙标准溶液 10 ml 于 250 ml 烧杯中,加水稀释至约 100 ml,加入三乙醇胺水溶液 3 ml,用氢氧化钾溶液调至刚果红试纸变为红色再过量 3~5 ml,加入少许钙黄绿素-百里酚酞混合指示剂(每加入一种试剂后搅匀)。置于黑色底板上,用 EDTA 标准溶液滴定到绿色荧光消失呈现亮紫红色为止。同时做空白试验。EDTA 标准溶液对氧化钙的滴定度,按式(2)计算:

$$T = \frac{M \cdot V}{V_1 - V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中: T ——EDTA 对氧化钙的滴定度,mg/ml;

M ——钙标准溶液的浓度,mg/ml;

V ——吸取钙标准溶液的体积,ml;

V_1 ——标定时消耗的 EDTA 标准溶液的体积,ml;

V_2 ——空白所消耗 EDTA 标准溶液的体积,ml。

3.3 测定步骤

3.3.1 称取通过 160 目,在 105~110 °C 干燥 1 h 的试样 0.5 g(称准至 0.000 2 g)于 150 ml 烧杯中,以少量水润湿,盖上表面皿,徐徐加入 1:2 盐酸 25 ml,待反应停止后,置于电热板上煮沸 15~20 min,取下冷却后,将溶液及残渣转入 100 ml 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。

3.3.2 取上述制备的澄清或干过滤的分析溶液 20 ml 于 250 ml 烧杯中,加水稀释至约 100 ml,加入三乙醇胺 3 ml,用氢氧化钾溶液调至刚果红试纸变为红色,并过量 3~5 ml,加入少许钙黄绿素-百里酚酞混合指示剂(每加入一种试剂后均应搅匀)。在黑色底板上,用 EDTA 标准溶液滴定到绿色荧光完全消失呈现亮紫红色为终点。

3.4 结果计算和允许差

3.4.1 氧化钙含量按式(3)计算:

$$CaO(\%) = \frac{T \cdot V}{2m} \dots\dots\dots (3)$$

式中: V ——滴定消耗 EDTA 标准溶液的体积,ml;

m ——试样质量,g。

计算结果取小数后一位,按数字修约规则修约至个位。

3.4.2 同一试验室氧化钙平行测定结果的允许差为 0.4%。

4 五氧化二磷的测定

方法要点:用酸分解试样(或用 3.3.1 测定氧化钙的制备液),用酒石酸消除硅的干扰,试液中加入钼酸铵和抗坏血酸,生成磷钼蓝,进行比色测定。

4.1 仪器和试剂

- 分析天平:感量 0.1 mg;
- 分光光度计:波长范围 360~800 nm;
- 酒石酸(GB 1294—77):分析纯,20%水溶液;
- 硫酸(GB 625—77):分析纯,1:3 溶液;

- e. 抗坏血酸:分析纯,2%水溶液(现用现配);
- f. 钼酸铵(GB 657—79):分析纯;
- g. 磷酸二氢钾(GB 1274—77):优级纯;
- h. 硫酸-钼酸铵混合溶液:4 g 钼酸铵溶于 100 ml 硫酸(见 4.1d)中;
- i. 磷标准贮备溶液:准确称取在 105~110 °C 干燥 1 h 的磷酸二氢钾 0.439 2 g,用水溶解后转入 1000 ml 容量瓶中,稀释至刻度,摇匀。此溶液每毫升含磷 0.1 mg。

磷标准工作溶液:每毫升含磷 0.01 mg。

4.2 标准曲线的绘制

分别吸取磷标准工作溶液 0、1.0、2.0、3.0、4.0、5.0 ml 于 50 ml 容量瓶中,加水约 30 ml、酒石酸溶液 2 ml、硫酸-钼酸铵混合溶液 5 ml,用少量水冲洗瓶口,再加入抗坏血酸 5 ml(每加入一种试剂均应摇匀)。将容量瓶置于沸水浴中加热 5 min,取出冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。以试剂空白溶液作参比于 680 nm 处测定吸光度,绘制标准曲线。

4.3 测定步骤

分取 20 ml 测定氧化钙的制备液(见 3.3.1)于 50 ml 容量瓶中,加入酒石酸 2 ml,以下步骤同标准曲线的绘制(见 4.2),同时作试样空白的测定。显色后以试剂空白溶液作参比测定吸光度,再从标准曲线上查出磷含量。

4.4 结果计算和允许差

4.4.1 五氧化二磷含量按式(4)计算:

$$P_2O_5(\%) = \frac{10c}{m \cdot V} \times 2.29 \dots\dots\dots (4)$$

式中: c ——从标准曲线上查得所分取试液的磷含量,mg;

V ——从试液总体积中所分取的试液体积,ml;

m ——试样质量,g;

2.29——磷换算为五氧化二磷的系数。

计算结果取小数后三位,按数字修约规则修约至小数后二位。

4.4.2 同一试验室五氧化二磷平行测定结果的允许差为 0.003%。

5 可燃物的测定

试样中的烧失量减去试样中碳酸盐二氧化碳的含量,即为试样可燃物的含量。

5.1 烧失量的测定

方法要点:称取一定量的试样于瓷坩埚中,在一定温度下灼烧,其失去的质量即为烧失量。

5.1.1 仪器、设备

a. 分析天平:感量 0.1 mg;

b. 硅碳棒高温电炉:带有控温装置,能保持 $1\,000 \pm 20$ °C,并附有铂铑-铂热电偶与相应的高温毫伏计。

5.1.2 测定步骤

5.1.2.1 称取通过 160 目、在 105~110 °C 干燥 1 h 的试样 1 g(称准至 0.000 2 g)于已恒重的瓷坩埚中,放入高温电炉,从低温缓慢升温至 $1\,000 \pm 20$ °C,并在此温度下灼烧 1 h,取出稍冷,放入干燥器,冷至室温,迅速称量。

5.1.2.2 然后进行检查性灼烧 30 min,直到质量变化小于 0.001 g 为止。采用灼烧后失去质量多的一次质量计算烧失量。

5.1.3 结果计算和允许差

5.1.3.1 烧失量按式(5)计算:

$$Loss(\%) = \frac{m_1}{m_2} \times 100 \quad \dots\dots\dots (5)$$

式中: m_1 ——试样灼烧后失去的质量, g;

m_2 ——分析试样质量, g。

计算结果取小数后一位,按数字修约规则修约至个位。

5.1.3.2 同一试验室烧失量平行测定结果的允许差为 0.2%。

5.2 二氧化碳的测定

本方法适用于较纯的石灰岩。若石灰岩中三氧化二铁、三氧化二铝总含量大于 3% 时,不宜用本方法,可采用 GB 218—83《煤中碳酸盐的二氧化碳含量的测定方法》进行测定,测定时试样的质量改为 0.3~0.5 g。

方法要点:试样用一定量的硫酸标准溶液溶解后,过量的酸,以甲基橙为指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定,计算出二氧化碳的含量。

5.2.1 仪器和试剂

- 分析天平:感量 0.1 mg;
- 硫酸(GB 625—77):分析纯,浓度(H_2SO_4)0.1 mol/L(原 0.2 N);
- 苯二甲酸氢钾(GB 1257—77):优级纯;
- 酚酞(HGB 3039—59):1%乙醇溶液;
- 甲基橙(HGB 3089—59):0.2%水溶液;
- 氢氧化钠(GB 629—81):分析纯,浓度(NaOH)0.15 mol/L(原 0.15 N)水溶液;
- 水:无二氧化碳的蒸馏水。

标定:准确称取在 105~110 °C 干燥 1 h 的苯二甲酸氢钾 0.5 g(称准至 0.000 2 g)于 250 ml 锥形瓶中,以除去二氧化碳的冷蒸馏水稀释至 100 ml,加入酚酞指示剂 10 滴,以氢氧化钠标准溶液滴定至淡红色约 30 s 不消失即为终点。

氢氧化钠标准溶液的浓度按式(6)计算:

$$c = \frac{m}{0.204\ 23 \times V} \quad \dots\dots\dots (6)$$

式中: c ——氢氧化钠标准溶液的浓度, mol/L;

V ——滴定时所消耗氢氧化钠标准溶液的体积, ml;

m ——苯二甲酸氢钾的质量, g;

0.204 23——苯二甲酸氢钾毫摩尔质量(原毫克当量), g/m mol。

5.2.2 测定步骤

5.2.2.1 称取通过 160 目、在 105~110 °C 干燥 1 h 的试样 0.2 g(称准至 0.000 2 g)于 250 ml 锥形瓶中,以少许水润湿,然后准确加入硫酸标准溶液 25 ml,用瓷坩埚盖盖上锥形瓶。在 70~80 °C 加热半小时,取下在冷水中冷却。用少许水冲洗瓷坩埚盖,加入 2~3 滴甲基橙指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定至黄色。

5.2.2.2 同时取硫酸标准溶液 25 ml,按上述方法测定其空白值。

5.2.3 结果计算和允许差

5.2.3.1 二氧化碳含量按式(7)计算:

$$CO_2(\%) = \frac{c \times (V_2 - V_1) \times 0.022\ 0}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (7)$$

式中: c ——氢氧化钠标准液的浓度, mol/L;

V_1 ——试样所消耗氢氧化钠标准溶液体积, ml;

V_2 ——25 ml 硫酸标准溶液所消耗氢氧化钠标准溶液体积, ml;

0.044 0——二氧化碳的毫摩质量(原二氧化碳的毫克当量数值为 0.022 0), g/m mol;

m —— 试样质量, g。

计算结果取小数后一位,按数字修约规则修约至个位。

5.2.3.2 同一试验室二氧化碳平行测定结果的允许差为 0.5%。

5.3 可燃物的计算

可燃物按式(8)计算:

$$KRW(\%) = Loss(\%) - CO_2(\%) \quad \dots\dots\dots (8)$$

式中: $KRW(\%)$ —— 可燃物含量, %;

$Loss(\%)$ —— 烧失量, %;

$CO_2(\%)$ —— 二氧化碳含量, %。

附 录 A

用氢氟酸处理沉淀测定游离二氧化硅的方法 (补充件)

方法要点:加氢氟酸处理不纯的二氧化硅沉淀后的损失量,即为纯游离二氧化硅的量。

A.1 器具

- a. 带盖铂坩锅:25 ml;
- b. 坩锅钳:铂尖;
- c. 箱形硅碳棒高温炉:带有控温装置,能保持 $1\,000 \pm 20\text{ }^{\circ}\text{C}$ 并附有铂铑-铂热电偶与相应的高温毫伏计。

A.2 试剂

- a. 硫酸(GB 625—77):分析纯,1:1 溶液,浓度(H_2SO_4)0.025 mol/L(原 0.05 N);
- b. 氢氟酸(GB 620—77):分析纯,40%;
- c. 乙酸钠(GB 693—77):分析纯,浓度($\text{CH}_3\text{COONa} \cdot 3\text{H}_2\text{O}$)0.025 mol/L(原 0.025 N);
- d. 冰乙酸(GB 676—78):分析纯,浓度(CH_3COOH)0.1 mol/L(原 0.1 N);
- e. 乙酸盐缓冲液:pH=4.1,用本标准 A.2c 乙酸钠溶液和 A.2d 冰乙酸等量混合;
- f. 抗坏血酸:1%水溶液,现用现配;
- g. 钼酸铵(GB 657—79):分析纯;
- h. 钼酸铵溶液:2.5 g 钼酸铵用 0.025 mol/L 硫酸溶解后,稀释到 100 ml(现用现配);
- i. 本标准 A.2f 和 A.2h 两溶液临用时,用本标准 A.2e 溶液分别稀释 10 倍,备用。

A.3 测定步骤

A.3.1 同本标准 1.3.1。

A.3.2 取下锥形瓶,冷至约 $60\text{ }^{\circ}\text{C}$,将内容物缓慢移入盛有 40 ml 约 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 蒸馏水的 250 ml 烧杯中,不断搅拌,充分混匀,并用热蒸馏水或 0.1 mol/L HCl 洗锥形瓶数次。

A.3.3 用慢速定量滤纸过滤,并用热水洗至滤液无磷酸根离子为止(一般洗 6~10 次)。

注:检查滤液有无磷酸根离子的方法:取试液 1 ml,用本标准 A.2i 稀释 10 倍后的 A.2f、A.2h 两溶液各取 4.5 ml,混匀,微热。有磷酸根离子时呈蓝色。

A.3.4 将滤纸连同沉淀放入已恒重的铂坩锅中,在 $80\text{ }^{\circ}\text{C}$ 左右烘干,先低温炭化,放入箱形硅碳棒高温炉中,于 $950 \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 40 min,待炉温降至 $400\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以下,取出铂坩锅在空气中稍加冷却,放入干燥器中冷至室温后,称重。

A.3.5 在铂坩锅中,加入数滴 1:1 硫酸润湿沉淀,加 5~10 ml 氢氟酸,稍加温使沉淀溶解后,加热(不使至沸),蒸发至不冒白烟为止,于 $950 \pm 10\text{ }^{\circ}\text{C}$ 灼烧 40 min 后,称重。

A.4 结果计算

测定结果按式(A1)计算:

$$\text{SiO}_{2Y} = \frac{m_3 - m_4}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (A1)$$

式中: SiO_{2Y} ——游离二氧化硅百分含量, %;

m_3 ——灼烧后沉淀的质量, g;

m_4 ——残渣质量, g;

m ——试样质量, g。

附加说明:

本标准由煤炭科学研究院重庆研究所和四川煤田地质研究所提出,由煤炭科学研究院重庆研究所归口。

本标准由煤炭科学研究院重庆研究所、四川煤田地质研究所负责起草。

本标准主要起草人高定令、陈绥泽。

本标准委托煤炭科学研究院重庆研究所和四川煤田地质研究所负责解释。

