

中华人民共和国国家标准

GB/T 19225—2003

煤中铜、钴、镍、锌的测定方法

Determination of copper, cobalt, nickel and zinc in coal

2003-07-01 发布

2003-11-01 实施



中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

本标准对应于美国标准 ASTM D3683:1994《标准测试方法 煤和焦炭灰中痕量元素的测定(原子吸收法)》，本标准与 ASTM D3683 的一致性程度为非等效，主要差异是灰样的分解方法不同。

本标准由中国煤炭工业协会提出。

本标准为全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：煤炭科学研究总院煤炭分析试验室。

本标准主要起草人：张克芮、王 萍。

本标准为首次制定。

煤中铜、钴、镍、锌的测定方法

1 范围

本标准规定了测定煤中铜、钴、镍、锌的方法提要、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算及方法精密度。

本标准适用于煤和焦炭。

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。凡是注明日期的引用文件，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。凡是不注明日期的引用文件，其最新版本适用于本标准。

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

3 方法提要

煤样灰化后，用氢氟酸-高氯酸分解，用原子吸收法测定其中的铜、钴、镍、锌的含量。

4 试剂和材料

- 4.1 氢氟酸(GB 620):40%以上。
- 4.2 高氯酸(GB 623):70.0%~72.0%以上。
- 4.3 硝酸(GB 626)溶液:体积比为1+1。
- 4.4 硝酸(GB 626)溶液:体积分数为2%。
- 4.5 硝酸(GB 626)溶液:体积分数为1%。
- 4.6 盐酸(GB 622)溶液:体积比为1+1。
- 4.7 盐酸(GB 622)溶液:体积分数为1%。
- 4.8 铜标准储备溶液:1 mg/mL。

溶解 1.000 0 g(称准至 0.000 2 g)高纯金属铜(质量分数 99.99%)于少量硝酸溶液(4.3)中。用硝酸溶液(4.5)稀释至 1 000 mL。

- 4.9 钴标准储备溶液:1 mg/mL。

溶解 1.000 0 g(称准至 0.000 2 g)高纯金属钴(质量分数 99.99%)于少量盐酸溶液(4.6)中，用盐酸溶液(4.7)稀释至 1 000 mL。

- 4.10 镍标准储备溶液:1 mg/mL。

溶解 1.000 0 g(称准至 0.000 2 g)高纯金属镍(质量分数 99.99%)于少量硝酸溶液(4.3)中，用硝酸溶液(4.5)稀释至 1 000 mL。

- 4.11 锌标准储备溶液:1 mg/mL。

溶解 1.000 0 g(称准至 0.000 2 g)高纯金属锌(质量分数 99.99%)于少量盐酸溶液(4.6)中，用盐酸溶液(4.7)稀释至 1 000 mL。

- 4.12 铜、钴、镍、锌混合标准工作溶液:各 20 μ g/mL。

准确吸取铜标准储备溶液(4.8)、钴标准储备溶液(4.9)、镍标准储备溶液(4.10)和锌标准储备溶液(4.11)各 10 mL 于 500 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(4.4)稀释至刻度，摇匀，转入塑料瓶中储存备用。

注：铜、钴、镍、锌标准储备液也可使用市售有证标准物质。

4.13 聚四氟乙烯坩埚:30 mL。

5 仪器设备

- 5.1 原子吸收分光光度计:带背景扣除装置。
 5.2 光源:铜、钴、镍、锌元素空心阴极灯。
 5.3 分析天平:感量 0.1 mg。
 5.4 电热板:温度可调。
 5.5 马弗炉:带有调温装置和烟囱,能保持温度 $500^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。

6 试验步骤

6.1 待测样品溶液的制备

6.1.1 准确称取空气干燥煤样 $2\text{ g} \pm 0.1\text{ g}$ (称准至 0.000 2 g)于灰皿中,铺平,放入马弗炉中,由室温逐步加热到约 500°C ,在此温度下灼烧至没有含碳物为止(至少 4 h)。

注:煤样灰分不小于 30%时称取 1 g。

6.1.2 将灰样(6.1.1)全部转入聚四氟乙烯坩埚(4.13)中,用水润湿,加高氯酸(4.2)4 mL、氢氟酸(4.1)10 mL,置于电热板(5.4)上缓缓加热,蒸至近干。取下坩埚,稍冷后用少量水将坩埚内壁的水珠冲下,再加氢氟酸 10 mL,继续在电热板上加热至白烟冒尽。取下坩埚,稍冷,加硝酸溶液(4.3)10 mL、水 10 mL,放在电热板上加热至近沸并保持 20 min。取下坩埚,用热水将坩埚中溶液转入 100 mL 容量瓶中,冷至室温,用水稀至刻度,摇匀。即为样品溶液。

6.2 样品空白溶液的制备

分解一批样品应同时制备一个样品空白溶液,样品空白溶液的制备除不加样品外,其余操作同 6.1.2。

6.3 铜、钴、镍、锌标准系列溶液的制备

取 6 个 100 mL 容量瓶分别加入铜、钴、镍、锌混合标准工作溶液(4.12)0 mL,1.0 mL,2.0 mL,3.0 mL,4.0 mL,5.0 mL,及硝酸溶液(4.3)4 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

6.4 测定

6.4.1 仪器工作条件的确定:除表 1 所规定的各元素的分析线和所使用的火焰气体外,仪器的其他参数——灯电流、通带宽度、燃烧器高度及燃气与助燃气流量等,应通过试验调至最佳值。

表 1 各元素的分析线和所使用的火焰气体

元 素	分析线	火焰气体
Cu	324.8 nm	乙炔-空气
Co	240.7 nm	乙炔-空气
Ni	232.0 nm	乙炔-空气
Zn	213.9 nm	乙炔-空气

6.4.2 工作曲线的绘制:在 6.4.1 确定的仪器工作条件下,以标准空白溶液调零,测定标准系列溶液中各待测元素的吸光度,以各待测元素的浓度($\mu\text{g}/\text{mL}$)为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制各待测元素的工作曲线。

6.4.3 样品测定:在 6.4.1 确定的仪器工作条件下,以样品空白溶液调零,测定待测样品溶液(6.1.2)中各元素的吸光度,然后从工作曲线上查出各元素的浓度。

7 结果计算

空气干燥煤样中铜、钴、镍、锌的质量分数 X_{ad} ($\mu\text{g/g}$) 为:

$$X_{ad} = 100 c/m \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

c ——从工作曲线上查得的各测定元素的浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——样品质量,单位为克(g);

100——样品溶液总体积,单位为毫升(mL)。

计算结果按 GB/T 483 修约规则,铜、镍、锌修约至个位,钴修约至小数后一位,取两次重复测定的平均值报出。

8 方法精密度

煤中铜、钴、镍、锌测定结果的精密度如表 2 规定。

表 2 煤中铜、钴、镍、锌测定结果的精密度

元 素	含量/ $(\mu\text{g/g})$	重复性限/ $(\mu\text{g/g})$	再现性临界差/ $(\mu\text{g/g})$
Cu	<50	2	3
Co	<50	0.5	—
Ni	<5	1	3
	5~30	3	9
Zn	<50	3	4
	50~100	8	17

9 试验报告

试验报告应包含下列信息:

- a) 试样编号;
- b) 依据标准;
- c) 使用方法;
- d) 结果计算;
- e) 与标准的偏离;
- f) 试验中观察到的异常现象;
- g) 试验日期。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
煤中铜、钴、镍、锌的测定方法
GB/T 19225—2003

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
新华书店北京发行所发行 各地新华书店经售

*

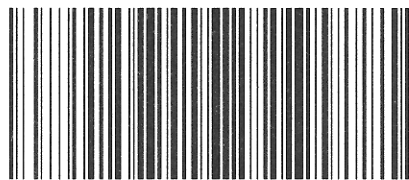
开本 880×1230 1/16 印张 1/2 字数 9 千字
2003年10月第一版 2003年10月第一次印刷
印数 1—1 000

*

书号: 155066·1-19970 定价 8.00 元

网址 www.bzcbs.com

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 19225-2003