



中华人民共和国国家标准

GB/T 39538—2020

煤中砷、硒、汞的测定 氢化物发生-原子荧光光谱法

Determination of arsenic, selenium and mercury in coal—
Hydride generation-atomic fluorescence spectrometry

2020-11-19 发布

2021-06-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	I
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 砷和硒的测定	1
3.1 方法提要	1
3.2 试剂和材料	1
3.3 仪器设备	2
3.4 样品	2
3.5 试验步骤	2
3.6 结果计算和表述	3
3.7 精密度	4
4 汞的测定	4
4.1 方法提要	4
4.2 试剂和材料	4
4.3 仪器设备	5
4.4 样品	5
4.5 试验步骤	5
4.6 结果计算和表述	6
4.7 精密度	7
5 试验报告	7

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

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(SAC/TC 42)归口。

本标准起草单位:煤炭科学技术研究院有限公司检测分院。

本标准主要起草人:富坤、陈慧珠、龚婉莉、何成友。

煤中砷、硒、汞的测定

氢化物发生-原子荧光光谱法

1 范围

本标准规定了氢化物发生-原子荧光光谱法测定煤中砷、硒、汞的方法提要、试剂和材料、仪器设备、样品、试验步骤、结果计算和表述、方法精密度和试验报告。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

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/T 213 煤的发热量测定方法

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

GB/T 21191 原子荧光光谱仪

3 砷和硒的测定

3.1 方法提要

将煤样与艾士卡试剂混合灼烧,用盐酸溶解灼烧物,测定砷时用硫脲-抗坏血酸将五价砷还原为三价砷,测定硒时用盐酸加热将六价硒还原为四价硒,再用硼氢化钠作为还原剂,氩气作为载气将还原得到的气态氢化物导入原子化器,用原子荧光光谱仪测定。

3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 艾士卡试剂(以下简称艾氏剂):市售,或以2份质量的轻质氧化镁与1份质量的无水碳酸钠混匀并研细至粒度小于0.2 mm后,保存在密闭容器中。

3.2.2 氩气:纯度99.99%以上。

3.2.3 盐酸:相对密度1.18。

3.2.4 盐酸溶液:50 mL/L,量取盐酸(3.2.3)50 mL加入适量水中,然后用水稀释至1 L。

3.2.5 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=6\text{ mol/L}$ 。量取相对密度为1.84的硫酸167 mL缓慢加入适量水中,边加边搅拌,然后用水稀释至1 L。

3.2.6 氢氧化钠溶液:5 g/L。称取5.0 g氢氧化钠溶于1 L水中。

3.2.7 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=6\text{ mol/L}$ 。称取48.0 g氢氧化钠用少量水溶解后,稀释至200 mL。

3.2.8 硼氢化钠溶液:10 g/L。称取10.0 g硼氢化钠溶于1 L氢氧化钠溶液(3.2.6)中,使用前现配。

3.2.9 硫脲-抗坏血酸溶液:50 g/L。称取硫脲5.0 g和抗坏血酸5.0 g,溶于100 mL水中,使用前现配。

3.2.10 砷标准储备液:100 $\mu\text{g/mL}$ 。准确称取已在105 $^{\circ}\text{C}$ ~110 $^{\circ}\text{C}$ 下干燥约2 h的优级纯三氧化二砷0.132 0 g溶于2 mL氢氧化钠溶液(3.2.7)中,加入约50 mL水,待完全溶解后,再加2.5 mL硫酸溶液