



中华人民共和国国家标准

GB/T 3058—2008
代替 GB/T 3058—1996

煤中砷的测定方法

Determination of arsenic in coal

(ISO 11723:2004, Solid mineral fuels—Determination of arsenic and selenium—Eschka's mixture and hydride generation method, MOD)

2008-07-29 发布

2009-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准修改采用 ISO 11723:2004(E)《固体矿物燃料——砷和硒的测定——艾氏卡混合氢化物发生法》(2004 年英文版)。

本标准与 ISO 11723:2004 的主要差异如下:

——删除了 ISO 11723:2004 中有关硒测定的内容;

——增加了“砷钼蓝分光光度法”;

——修改了“艾氏卡混合氢化物发生法”中样品质量和空白溶液配置方法。

本标准与 ISO 11723:2004 的有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。为方便比较,在附录 A 中列出了本标准章条编号和 ISO 11723:2004 章条编号的对照一览表;在附录 B 中给出了这些技术性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准代替 GB/T 3058—1996《煤中砷的测定方法》。

本标准与 GB/T 3058—1996 相比主要变化如下:

——增加了“规范性引用文件”一章(本版第 2 章);

——明确了用单刻度移液管吸取 3 mL 碘溶液,1 mL 碳酸氢钠溶液和 6 mL 水(1996 年版 2.4.1.3, 本版 3.4.1.3);

——用 $\mu\text{g/g}$ 代替 % 表示煤中砷的质量分数;

——修改了测定结果计算公式(1996 年版 2.5 和 3.5,本版 3.5 和 4.5);

——修改了精密度表示方法(1996 年版 2.6,本版 3.6);

——增加了“试验报告”一章(本版第 5 章)。

本标准的附录 A 和附录 B 均为资料性附录。

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:煤炭科学研究总院煤炭分析实验室、河北煤田地质研究所。

本标准主要起草人:杨华玉、施玉英、李家铸、苏寄璋。

本标准所代替的历次版本和发布情况为:

——GB 3058—1982,GB/T 3058—1996。

煤中砷的测定方法

1 范围

本标准规定了砷钼蓝分光光度法和氢化物发生-原子吸收法测定煤中砷的试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算及方法精密度。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

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)或修改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(GB/T 483—2007,ISO 1213-2:1992,Solid mineral fuels—Vocabulary—Part 2:Terms relating to sampling, testing and analysis, NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008,ISO 3696:1987,Water for analytical use—Specification and test methods, MOD)

3 砷钼蓝分光光度法(仲裁法)

3.1 方法提要

将煤样与艾氏卡试剂混合灼烧,用盐酸溶解灼烧物,加入还原剂,使五价砷还原成三价,加入锌粒,放出氢气,使砷形成氢化砷气体释出,然后被碘溶液吸收并氧化成砷酸,加入钼酸铵-硫酸肼溶液使之生成砷钼蓝,然后用分光光度计测定。

3.2 试剂和材料

3.2.1 水:本试验使用的水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格要求。

3.2.2 无砷金属锌:颗粒状,粒度约 5 mm。

3.2.3 艾氏卡试剂(以下简称艾氏剂):市购或以 2 份质量的化学纯轻质氧化镁与 1 份质量的化学纯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。

3.2.4 盐酸:相对密度 1.18。

3.2.5 硫酸:相对密度 1.84。

3.2.6 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ 。1 体积盐酸与 1 体积水混合均匀。

3.2.7 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=6 \text{ mol/L}$ 。

量取硫酸(3.2.5)167 mL 缓慢加入适量水中,边加边搅拌,然后用水稀释至 1 L。

3.2.8 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=5 \text{ mol/L}$ 。

量取硫酸(3.2.5)139 mL 缓慢加入适量水中,边加边搅拌,然后用水稀释至 1 L。

3.2.9 碘化钾溶液:176.5 g/L。

3.0 g 碘化钾溶于 17 mL 水中,使用前现配。

3.2.10 氯化亚锡溶液:666.7 g/L。

8.0 g 氯化亚锡溶于 12 mL 盐酸(3.2.4)中,使用前现配。