

ICS 73.040
D 22



中华人民共和国国家标准

GB/T 8208—2007
代替 GB/T 8208—1987

GB/T 8208—2007

煤中镓的测定方法

Determination of gallium in coal

中华人民共和国
国家标准
煤中镓的测定方法
GB/T 8208—2007

*
中国标准出版社出版发行
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn
电话:68523946 68517548
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2008年3月第一版 2008年3月第一次印刷

*
书号: 155066·1-30830 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68533533



GB/T 8208-2007

2007-11-01 发布

2008-06-01 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

4.12 苯-乙醚溶液:体积比为3+1,3体积苯(GB/T 690)与1体积乙醚(HG 3-1002)混匀。

5 仪器设备

- 5.1 分析天平:感量0.1 mg。
 5.2 分光光度计:波长范围(200~1 000)nm,波长精度±1 nm。
 5.3 马弗炉:控温范围(500~800)℃,控温精度±10℃,炉子后壁上部有直径(25~30)mm的烟囱。
 5.4 电热板:温度可调。
 5.5 聚四氟乙烯坩埚:容量30 mL。
 5.6 银坩埚:容量30 mL,带盖。
 5.7 容量瓶:容量50 mL。
 5.8 比色管:带盖,容量25 mL。
 5.9 灰皿:瓷质,底面45 mm×22 mm,上口为55 mm×25 mm,高为14 mm。
 5.10 烧杯:容量250 mL~300 mL。
 5.11 表面皿:直径100 mm。

6 试验步骤

6.1 工作曲线的绘制

分别准确吸取0 mL,1 mL,2 mL,3 mL,4 mL,5 mL 镓工作标准溶液(4.11)于25 mL带盖比色管(5.8)中,用盐酸溶液(4.3)稀释到10 mL;加入三氯化钛溶液(4.7)0.5 mL,摇匀。放置5 min后,加入罗丹明B溶液(4.8)2 mL,摇匀。然后加入苯-乙醚溶液(4.12)6 mL,摇动萃取2 min。静置分层后用干燥的吸液管小心吸取有机萃取液,放入比色皿中,在560 nm波长下以标准空白溶液为参比,测定标准系列的吸光度。以镓的质量(μg)为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制镓的工作曲线。

工作曲线的绘制与样品溶液的测定同时进行。

6.2 待测样品溶液的制备

6.2.1 煤样的灰化

称取一般分析煤样1 g(称准至0.000 2 g)于灰皿中,铺平,放入马弗炉中,半开炉门,由室温逐渐升温到550℃(至少30 min),并在(550±10)℃下保温2 h,然后再升温至(700±10)℃,灰化至少2 h至无黑色炭粒为止。

6.2.2 灰样的处理

6.2.2.1 碱熔法

将灰样全部转入带盖的银坩埚中,加入少量乙醇(4.6)将灰润湿,加入氢氧化钠(4.5)4 g。坩埚盖上盖、放入马弗炉中,在保证熔样不飞溅和不溢出的情况下,由室温逐渐加热到(650~700)℃,在此温度下熔融15 min,取出坩埚并冷却至室温。

将坩埚和盖平放在250 mL烧杯中,往坩埚中加入乙醇1 mL和100 mL沸水,立即盖上表面皿;待浸取完全后,用热水洗涤坩埚和盖。沿烧杯壁缓慢加入盐酸溶液(4.3)10 mL,盖上表面皿;待熔融物溶解完全后,取下并用热水冲洗表面皿。将烧杯放在低温电热板上加热,当盐类析出并略干涸时,用平头玻璃棒不断搅拌并研碎盐块,直到完全干涸为止。取下烧杯,稍冷后加入盐酸溶液并充分搅拌直至完全溶解。试液转入50 mL容量瓶中,用盐酸溶液洗涤烧杯,洗液并入容量瓶。用盐酸溶液稀释至刻度,摇匀后静置,供光度测定用。

6.2.2.2 酸溶法

将灰样全部转入聚四氟乙烯坩埚中,用少量水将灰样润湿,加入硫酸溶液(4.2)0.5 mL、盐酸溶液2 mL、氢氟酸(4.4)5 mL~7 mL(根据硅含量多少而增减)。把坩埚放在低温电热板上缓缓加热(温度约为100℃)至氢氟酸驱尽后再适当提高温度继续加热,直至冒硫酸酞白烟(但不要干涸)为止。稍冷,

前 言

本标准代替GB/T 8208—1987《煤中镓的测定方法》。

本标准与GB/T 8208—1987相比,主要变化如下:

——删除了原标准中的目视比色法(1987年版中的3.4);

——根据GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第1部分:标准的结构和编写规则》以及GB/T 483—2007《煤炭分析试验方法一般规定》修改了标准的书写格式、计量单位和符号。

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。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 8208—1987。