

前 言

本标准代替 GB 3058—82《煤中砷的测定方法》，与原标准相比主要作了以下修改：

1. 增加了“氢化物发生-原子吸收法”。
2. 根据 GB/T 1.1—93《标准化工作导则 第1单元：标准的起草与表述规则 第1部分：标准编写的基本规定》和 GB 483—87《煤质分析试验方法一般规定》对 GB 3058—82 的书写格式、术语和符号进行了修改。

本标准由中华人民共和国煤炭工业部提出。

本标准由全国煤炭标准化技术委员会归口。

本标准由煤炭科学研究总院北京煤化学研究所和河北煤田地质研究所起草。

本标准委托煤炭科学研究总院北京煤化学研究所负责解释。

本标准主要起草人：李家铸、苏寄璋、施玉英。

煤中砷的测定方法

代替 GB 3058—82

Determination of arsenic in coal

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方法提要、试剂和材料、仪器设备、操作步骤、结果表达及精密度。砷钼蓝分光光度法为仲裁方法。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

2 砷钼蓝分光光度法

2.1 方法提要

将煤样与艾氏剂混合灼烧,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。

2.2 试剂和材料

本方法使用的水,应符合 GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法中三级水的规格要求。

2.2.1 艾士卡试剂(以下简称艾氏剂),市购或用二份质量的轻质氧化镁(GB/T 9857)与一份质量的无水碳酸钠(GB/T 639)混合而成。

2.2.2 盐酸(GB/T 622):相对密度 1.18。

2.2.3 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ 。

2.2.4 硫酸(GB/T 625)溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=6 \text{ mol/L}$ 。

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

2.2.6 碘化钾溶液:3 g 碘化钾(GB/T 1272)溶于 17 mL 水中,使用前配制。

2.2.7 氯化亚锡溶液:8 g 氯化亚锡(GB/T 638)溶于 12 mL 盐酸(2.2.2)中。

2.2.8 乙酸铅棉:将脱脂棉在浓度为 400 g/L 的乙酸铅(HG/T3—974)溶液中充分浸泡,取出,拧干,在 80~100℃下烘干,存放在干燥器中备用。

2.2.9 碘溶液:1.5 g/L,将 9 g 碘化钾和 1.5 g 碘(GB/T 675)用少量水溶解后,稀释到 1 L。

2.2.10 钼酸铵溶液:10 g/L,将 10 g 钼酸铵(GB/T 657)溶解于 1 L 硫酸溶液(2.2.5)中。

2.2.11 硫酸肼溶液:1.2 g/L,将 1.2 g 硫酸肼(GB/T 698)溶于 1 L 水中。

2.2.12 钼酸铵-硫酸肼混合液:将钼酸铵溶液(2.2.10)和硫酸肼溶液(2.2.11)按等体积混合,使用前配制。

2.2.13 无砷金属锌:颗粒状,粒度约 5 mm。

2.2.14 碳酸氢钠溶液:40 g/L,将 40 g 碳酸氢钠(GB/T 640)溶于 1 L 水中。

2.2.15 氢氧化钠(GB/T 629)溶液: $c(\text{NaOH})=6 \text{ mol/L}$ 。

2.2.16 砷标准溶液:准确称取已在 105~110℃下干燥约 2 h 的优级纯三氧化二砷(GB/T 673) 0.1320 g,溶于 2 mL 氢氧化钠溶液(2.2.15)中,加入约 50 mL 水,待完全溶解后,再加 2.5 mL 硫酸(2.2.4),用水稀释至 1 000 mL。该溶液 1 mL 含 0.1 mg 砷。

国家技术监督局 1996-12-19 批准

1997-07-01 实施

吸取上述溶液 50 mL,用水稀释至 500 mL,该溶液 1 mL 含 10 μg 砷。

2.3 仪器设备

2.3.1 砷测定仪:结构如图 1 所示。

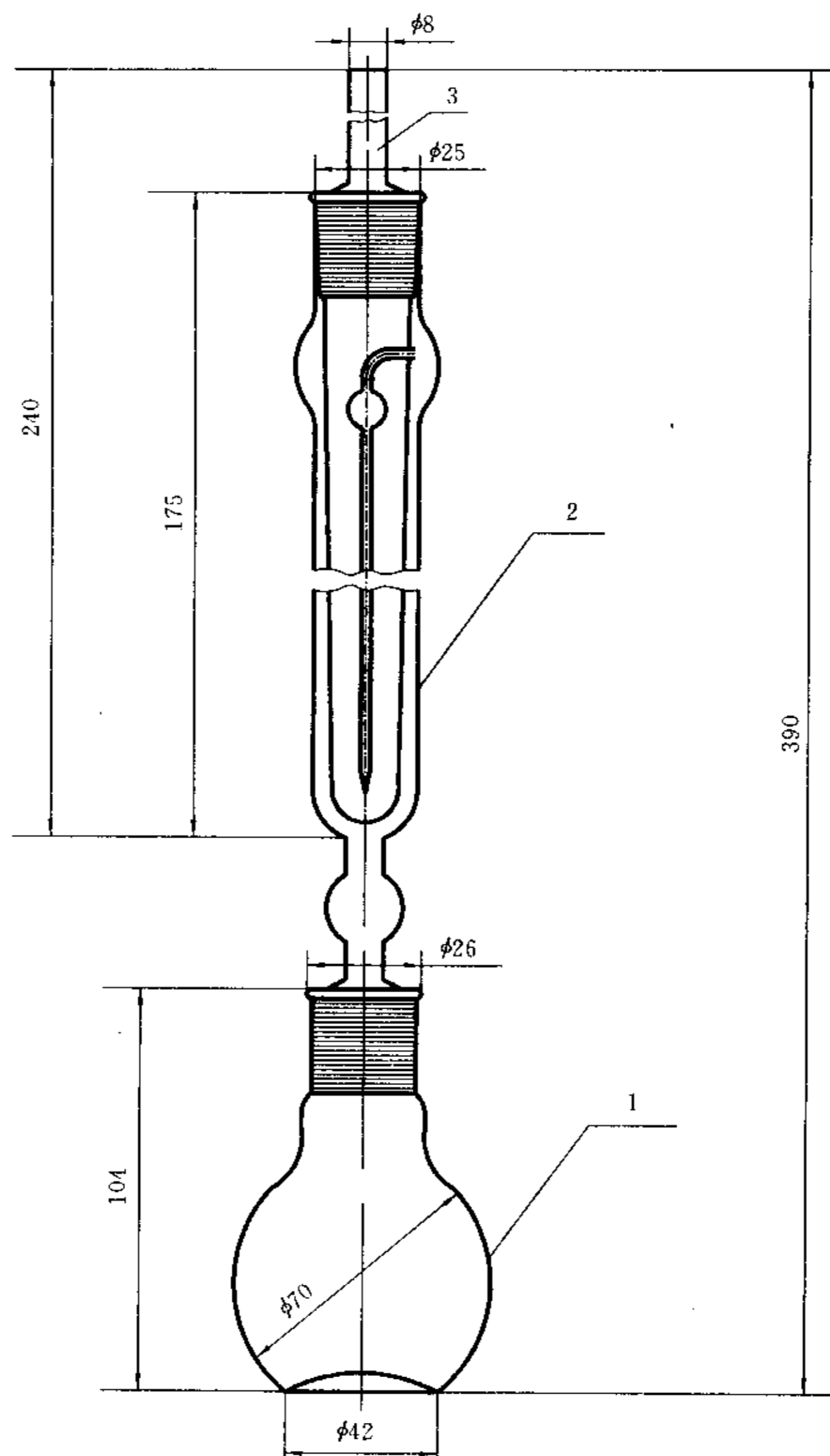


图 1 砷测定仪

1 圆烧瓶;2 外套管;3 吸收器

用下述方法检查玻璃仪器是否合格:在每个测定仪中加入 10 μg 或 20 μg 砷标准溶液(2.2.16),按 2.4 所述步骤进行测定,然后与直接法(砷标准溶液不经过氢化砷发生步骤,而直接显色)的测定结果相比较,计算其回收率,选择回收率相差不超过 10%者使用。

2.3.2 分光光度计:波长 830 nm 或 700 nm。当使用 200~1 000 nm 波长范围的分光光度计时,测定波长用 830 nm;使用 420~700 nm 波长范围的分光光度计时,测定波长用 700 nm。

2.3.3 水浴

2.3.4 马弗炉:附测温和控温仪表,能升温到 900 $^{\circ}\text{C}$,温度可调并可通风。

2.3.5 瓷坩埚:容积 30 mL。

2.4 试验步骤