



中华人民共和国国家标准

GB/T 16658—2026

代替 GB/T 16658—2007, GB/T 19225—2003

煤中铜、钴、镍、锌、铬、镉、铅的测定方法

Determination of copper, cobalt, nickel, zinc, chromium, cadmium and lead in coal

2026-03-31 发布

2026-10-01 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 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 方法提要 1

5 试剂和材料 1

6 仪器设备 2

7 试验步骤 2

8 结果计算 4

9 方法精密度 4

10 试验报告..... 5

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 16658—2007《煤中铬、镉、铅的测定方法》和 GB/T 19225—2003《煤中铜、钴、镍、锌的测定方法》。本文件以 GB/T 16658—2007 为主，整合了 GB/T 19225—2003 的内容，与 GB/T 16658—2007 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了铜、钴、镍、锌标准储备液溶液的配制方法(见 5.5~5.8)；
- b) 增加了铜、钴、镍、锌标准工作溶液的配制方法(见 5.12 和 5.14)；
- c) 增加了乙炔的技术要求(见 5.16)；
- d) 增加了灰皿的技术要求(见 6.7)；
- e) 更改了样品溶液的消解方法(见 7.1.2, 2007 年版的 6.1.2)；
- f) 增加了铜、钴、镍、锌系列标准溶液的配制方法(见 7.4.1 和 7.4.3)；
- g) 更改了结果计算公式的表述方式(见第 8 章, 2007 年版的第 7 章)；
- h) 更改了方法精密度中铬、镉、铅的质量分数范围(见表 2, 2007 年版的表 2)；
- i) 增加了试验报告(见第 10 章)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国煤炭工业协会提出。

本文件由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本文件起草单位：煤炭科学技术研究院有限公司。

本文件主要起草人：隋艳、柴文。

本文件于 1996 年首次发布，2007 年第一次修订，本次为第二次修订，并入了 GB/T 19225—2003 的内容。

煤中铜、钴、镍、锌、铬、镉、铅的测定方法

1 范围

本文件规定了测定煤中铜、钴、镍、锌、铬、镉、铅的方法提要、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算、方法精密度及试验报告。

本文件适用于褐煤、烟煤和无烟煤，也适用于焦炭。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 483 煤炭分析试验方法一般规定

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 方法提要

煤样灰化后，用氢氟酸-高氯酸分解，用原子吸收法分别测定其中铜、钴、镍、锌、铬、镉、铅的含量。测定铬的含量时，需在硝酸介质中加入硫酸钠溶液消除镁等共存元素的干扰。

5 试剂和材料

警示：试验所用强酸具有强腐蚀性，可致人体灼伤，在使用过程中应注意防护。

除非另有说明，在分析中均使用确认为分析纯及以上的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.1 氢氟酸：40.0%以上。

5.2 高氯酸：70.0%～72.0%。

5.3 硝酸溶液：体积比为(1+1)。

5.4 硫酸钠溶液：200 g/L。称取 200 g(称准至 1 g)无水硫酸钠于 1 000 mL 烧杯中，加少量水溶解后，转移至 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。转入塑料瓶中。

5.5 铜标准储备溶液：1 mg/mL。称取 1.000 0 g(称准至 0.000 2 g)金属铜(质量分数不小于 99.99%)于少量体积比为(1+1)的硝酸溶液中溶解。用体积分数为 1%的硝酸溶液稀释至 1 000 mL，摇匀。转入塑料瓶中。

5.6 钴标准储备溶液：1 mg/mL。称取 1.000 0 g(称准至 0.000 2 g)金属钴(质量分数不小于 99.99%)于少量体积比为(1+1)的盐酸溶液中溶解。用体积分数为 1%的盐酸溶液稀释至 1 000 mL，摇匀。转入塑料瓶中。

5.7 镍标准储备溶液：1 mg/mL。称取 1.000 0 g(称准至 0.000 2 g)金属镍(质量分数不小于 99.99%)

于少量体积比为(1+1)的硝酸溶液中溶解。用体积分数为1%的硝酸溶液稀释至1 000 mL,摇匀。转入塑料瓶中。

5.8 锌标准储备溶液:1 mg/mL。称取1.000 0 g(称准至0.000 2 g)金属锌(质量分数不小于99.99%)于少量体积比为(1+1)的盐酸溶液中溶解。用体积分数为1%的盐酸溶液稀释至1 000 mL,摇匀。转入塑料瓶中。

5.9 铬标准储备溶液:1 mg/mL。称取2.828 8 g(称准至0.000 2 g)光谱纯重铬酸钾于300 mL烧杯中,加水 and 体积比为(1+1)的硝酸溶液各50 mL,待完全溶解后移至1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。转入塑料瓶中。

5.10 镉标准储备溶液:1 mg/mL。称取1.000 0 g(称准至0.000 2 g)金属镉(质量分数不小于99.99%)于300 mL烧杯中,加体积比为(1+1)的硝酸溶液50 mL,待全部溶解后移至1 000 mL容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀。转入塑料瓶中。

5.11 铅标准储备溶液:1 mg/mL。称取1.000 0 g(称准至0.000 2 g)金属铅(质量分数不小于99.99%)于300 mL烧杯中,加体积比为(1+1)的硝酸溶液50 mL,待完全溶解后移至1 000 mL容量瓶,用水稀释至刻度,摇匀。转入塑料瓶中。

5.12 铜、钴、镍混合标准工作溶液:各20 $\mu\text{g/mL}$ 。准确吸取铜标准储备溶液(5.5)、钴标准储备溶液(5.6)和镍标准储备溶液(5.7)各10 mL于500 mL容量瓶中,用体积分数为2%的硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。转入塑料瓶中。

5.13 镉、铅混合标准工作溶液:各20 $\mu\text{g/mL}$ 。准确吸取镉标准储备溶液(5.10)和铅标准储备溶液(5.11)各10 mL于500 mL容量瓶中,用体积分数为1%的硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。转入塑料瓶中。

5.14 锌标准工作溶液:50 $\mu\text{g/mL}$ 。准确吸取锌标准储备溶液(5.8)25 mL于500 mL容量瓶中,用体积分数为2%的硝酸溶液稀释至刻度,摇匀,转入塑料瓶中。

5.15 铬标准工作溶液:20 $\mu\text{g/mL}$ 。准确吸取铬标准储备溶液(5.9)10 mL于500 mL容量瓶中,用体积分数为1%的硝酸溶液稀释至刻度,摇匀。转入塑料瓶中。

注:铜、钴、镍、锌、铬、镉、铅标准储备液也可使用浓度匹配的市售有证标准物质。

5.16 乙炔:纯度不小于99.9%。

6 仪器设备

6.1 原子吸收分光光度计:带背景扣除装置。

6.2 光源:铜、钴、镍、锌、铬、镉、铅元素空心阴极灯。

6.3 分析天平:分度值0.1 mg。

6.4 电热板:室温至300 $^{\circ}\text{C}$,温度可控。

6.5 马弗炉:带有控温装置,并附有热电偶和高温计,能保持温度为 $(500\pm10)^{\circ}\text{C}$ 。炉膛具有足够的恒温区,炉后壁的上部具有直径25 mm~30 mm的烟囱,下部距离炉底20 mm~30 mm的位置具有插入热电偶的小孔。炉门上有一个直径为20 mm的通气孔。

6.6 聚四氟乙烯坩埚:容量为30 mL。

6.7 灰皿:瓷质,长方形,下底长为45 mm,下底宽为22 mm,上底长为55 mm,上底宽为25 mm,高为14 mm。

7 试验步骤

7.1 样品溶液的制备

7.1.1 准确称取一般分析试验煤样 $(2\pm0.1)\text{g}$ (称准至0.000 2 g)于灰皿中,铺平,放入马弗炉中,在自

然通风和炉门留有 15 mm 左右缝隙的条件下,由室温缓慢加热到 $(500\pm 10)^{\circ}\text{C}$,在此温度下灼烧至无黑色颗粒为止(至少 4 h),取出冷却。

注:煤样空气干燥基灰分大于 30%时称取 1 g。

7.1.2 将灰样(7.1.1)全部转入聚四氟乙烯坩埚中,用少量水润湿,加高氯酸 4 mL、氢氟酸 10 mL,置于电热板上低温缓慢加热(温度不高于 250°C),蒸至近干。取下坩埚稍冷,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(5.3)10 mL、水 10 mL,放在电热板上加热至近沸,并保温 2 min。取下坩埚,用热水将坩埚中溶液转入 100 mL 容量瓶中,冷却至室温,用水稀释至刻度,摇匀。此溶液为样品溶液。

7.2 样品空白溶液的制备

每消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灰样外,其余操作同 7.1.2。

7.3 待测样品溶液的制备

7.3.1 铜、钴、镍、锌、镉、铅待测样品溶液:即样品溶液(7.1.2)和样品空白溶液(7.2)。

7.3.2 铬待测样品溶液:分别准确吸取样品溶液(7.1.2)和样品空白溶液(7.2)各 25 mL 于 50 mL 容量瓶中,加硫酸钠溶液 7.5 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

7.4 系列标准溶液的制备

7.4.1 铜、钴、镍系列标准溶液:取 6 个 100 mL 容量瓶,分别加入铜、钴、镍混合标准工作溶液(5.12)各 0 mL,1.0 mL,2.0 mL,3.0 mL,4.0 mL,5.0 mL,及硝酸溶液(5.3)4 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

7.4.2 镉、铅系列标准溶液:取 6 个 100 mL 容量瓶,分别加入镉、铅混合标准工作溶液(5.13)各 0 mL,1.0 mL,2.0 mL,3.0 mL,4.0 mL,5.0 mL,及硝酸溶液(5.3)4 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

7.4.3 锌系列标准溶液:取 6 个 100 mL 容量瓶,分别加入锌标准工作溶液(5.14)各 0 mL,1.0 mL,2.0 mL,3.0 mL,4.0 mL,5.0 mL,及硝酸溶液(5.3)4 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

7.4.4 铬系列标准溶液:取 6 个 100 mL 容量瓶,分别加入铬标准工作溶液(5.15)各 0 mL,1.0 mL,2.0 mL,3.0 mL,4.0 mL,5.0 mL,及硝酸溶液(5.3)4 mL,硫酸钠溶液 15 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

7.5 测定

7.5.1 仪器工作条件的确定:仪器所使用的火焰气体均为乙炔-空气。除表 1 所规定的各元素的分析线外,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

元素	分析线/nm
Cu	324.8
Co	240.7
Ni	232.0
Zn	213.9
Cr	357.9
Cd	228.8
Pb	217.0

7.5.2 工作曲线的绘制：在 7.5.1 确定的仪器工作条件下，以标准空白溶液调零，测定系列标准溶液（7.4.1、7.4.2 和 7.4.3）中各待测元素的吸光度，以各待测元素的质量浓度（μg/mL）为横坐标，吸光度为纵坐标，绘制各待测元素的工作曲线。

7.5.3 样品测定：在 7.5.1 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（7.3.1 和 7.3.2）中各元素的吸光度，然后从工作曲线上查出各元素的浓度。

注：若样品中待测元素浓度超出工作曲线范围的上限，适当稀释后重新测定。

8 结果计算

一般分析试验煤样中铜、钴、镍、锌、铬、镉、铅的质量分数 $w(X_{ad})$ (μg/g) 按式(1)和式(2)计算：

$$w(X_{ad}) = \frac{\rho \times V_1 \times f}{m} \dots\dots\dots (1)$$

$$f = \frac{V_0}{V_2} \dots\dots\dots (2)$$

式中：

ρ ——从工作曲线上查得的各测定元素的质量浓度，单位为微克每毫升(μg/mL)；

V_1 ——待测样品溶液体积，单位为毫升(mL)；

f ——稀释倍数；

m ——样品质量，单位为克(g)；

V_0 ——样品溶液体积，单位为毫升(mL)；

V_2 ——分取样品溶液体积，单位为毫升(mL)。

测定结果按 GB/T 483 数字修约规则，铜、镍、锌、铬、铅修约至整数，镉、钴修约至小数点后一位，取两次重复测定的平均值报出。

9 方法精密度

煤中铜、钴、镍、锌、铬、镉、铅测定结果的精密度如表 2 规定。

表 2 煤中铜、钴、镍、锌、铬、镉、铅测定结果的精密度

元素	质量分数/(μg/g)	重复性限(X_{ad})/(μg/g)	再现性限(X_d)/(μg/g)
Cu	<50	2	3
Co	<50.0	0.5	—
Ni	<5	1	3
	5~30	3	9
Zn	<50	3	4
	50~100	8	17
Cr	<50	3	—
Cd	<20.0	0.5	—
Pb	<100	5	—

10 试验报告

试验报告至少应包括以下信息：

- 试样编号；
 - 依据标准；
 - 试验结果；
 - 与标准的偏离；
 - 试验中观察到的异常现象；
 - 试验日期。
-