



中华人民共和国国家标准

GB/T 38394—2019

煤焦油 钠、钙、镁、铁含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

Coal tar—Determination of sodium, calcium, magnesium and iron content—
Inductively coupled plasma optical emission spectrometry

2019-12-31 发布

2020-07-01 实施

国家市场监督管理总局 发布
国家标准化管理委员会

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国钢铁工业协会提出。

本标准由全国煤化工标准化技术委员会(SAC/TC 469)归口。

本标准起草单位:北京低碳清洁能源研究院、冶金工业信息标准研究院、大连弘和石油分析仪器有限公司、山西建龙实业有限公司、西北大学、煤炭科学技术研究院有限公司、力鸿智信(北京)科技有限公司。

本标准主要起草人:盖青青、靳阿祥、孔德婷、赵帅、马琳鸽、刘聪云、马晓迅、孙鸣、王占祥、张永琪、郑景须、董晓峰、巴彦高乐、李永龙、丁华、张景、周璐、薛梅。

煤焦油 钠、钙、镁、铁含量的测定

电感耦合等离子体发射光谱法

警示——本标准中使用的部分试剂具有毒性和易燃性,本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者操作时应小心谨慎并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了用电感耦合等离子体发射光谱法测定煤焦油中钠、钙、镁、铁含量的方法。

本标准适用于含水量低于 0.5% 的中低温煤焦油、高温煤焦油中钠、钙、镁、铁含量的测定。

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 602 化学试剂 杂质测定用标准溶液的制备

GB/T 1999 焦化油类产品取样方法

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

3 原理

待测样品依次经明火燃烧和高温灰化后溶解于酸中并用容量瓶稀释定容,形成试液。试液经雾化系统雾化后形成气溶胶,由载气带入光谱仪等离子内,在高温和惰性氩气氛中被充分蒸发、原子化、激发和电离,待测元素的原子或离子被激发时,电子在原子内不同能级跃迁,当由高能态向低能态跃迁时产生特征辐射,通过特征辐射的波长及相对强度,可对各元素进行定性和定量分析。

4 试剂和材料

4.1 实验用水:符合 GB/T 6682 二级及以上用水的规定。

4.2 浓盐酸:1.179 g/cm³,优级纯。

4.3 定量滤纸:φ110 mm。

4.4 钠标准溶液:1 000 μg/mL,GSB 04-1738-2004 或其他市售标准样品(或按 GB/T 602 进行配制)均可使用。

4.5 钙标准溶液:1 000 μg/mL,GSB 04-1720-2004 或其他市售标准样品(或按 GB/T 602 进行配制)均可使用。

4.6 镁标准溶液:1 000 μg/mL,GSB 04-1735-2004 或其他市售标准样品(或按 GB/T 602 进行配制)均可使用。

4.7 铁标准溶液:1 000 μg/mL,GSB 04-1726-2004 或其他市售标准样品(或按 GB/T 602 进行配制)均可使用。

4.8 钠标准溶液:100 $\mu\text{g/mL}$,用移液管取钠标准溶液(见 4.4)10 mL 于 100 mL 容量瓶,再加入 5 mL 浓盐酸,加水定容至刻度线处。

4.9 钙标准溶液:100 $\mu\text{g/mL}$,用移液管取钙标准溶液(见 4.5)10 mL 于 100 mL 容量瓶,再加入 5 mL 浓盐酸,加水定容至刻度线处。

4.10 镁标准溶液:100 $\mu\text{g/mL}$,用移液管取镁标准溶液(见 4.6)10 mL 于 100 mL 容量瓶,再加入 5 mL 浓盐酸,加水定容至刻度线处。

4.11 铁标准溶液:100 $\mu\text{g/mL}$,用移液管取铁标准溶液(见 4.7)10 mL 于 100 mL 容量瓶,再加入 5 mL 浓盐酸,加水定容至刻度线处。

4.12 钠标准溶液:10 $\mu\text{g/mL}$,用移液管取钠标准溶液(见 4.8)10 mL 于 100 mL 容量瓶,再加入 5 mL 浓盐酸,加水定容至刻度线处。现用现配。

4.13 钙标准溶液:10 $\mu\text{g/mL}$,用移液管取钙标准溶液(见 4.9)10 mL 于 100 mL 容量瓶,再加入 5 mL 浓盐酸,加水定容至刻度线处。现用现配。

4.14 镁标准溶液:10 $\mu\text{g/mL}$,用移液管取镁标准溶液(见 4.10)10 mL 于 100 mL 容量瓶,再加入 5 mL 浓盐酸,加水定容至刻度线处。现用现配。

4.15 铁标准溶液:10 $\mu\text{g/mL}$,用移液管取铁标准溶液(见 4.11)10 mL 于 100 mL 容量瓶,再加入 5 mL 浓盐酸,加水定容至刻度线处。现用现配。

5 仪器和设备

5.1 电感耦合等离子体发射光谱仪(ICP-OES):具备进样系统、激发光源、光学系统、检测系统和数据处理系统。

5.2 石英或塑料容量瓶:50 mL 和 100 mL。

5.3 移液管:5 mL 和 10 mL。

5.4 石英烧杯或石英蒸发皿:100 mL。

5.5 分析天平:感量 0.000 1 g。

5.6 电加热板:可控温加热板,室温到 600 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.7 马弗炉:可控温并能加热至 1 000 $^{\circ}\text{C}$ 。

5.8 电热恒温水浴锅:控温精度 $\pm 1^{\circ}\text{C}$ 。

6 取制样

6.1 取样

按照 GB/T 1999 规定取出有代表性样品。样品应贮存于密闭干燥的容器内。

6.2 混匀样品

每次取得样品前,应将样品充分混合均匀。对于高凝点或高黏度样品,在 60 $^{\circ}\text{C}$ 水浴中,用玻璃棒边加热边搅拌,使其加热至流动状态,充分搅拌后得到混匀样品。若混匀后,样品中水含量过高,按附录 A 进行脱水。

7 试验步骤

7.1 样品预处理

7.1.1 样品称量

称取 5 g 混匀后的煤焦油样品(见 6.2)于 100 mL 石英烧杯或石英蒸发皿中,冷却至室温后记录样

品称样量,精确到 0.000 1 g。

7.1.2 样品燃烧

将一张定量滤纸(见 4.3)折叠成两折,卷成圆锥状,剪去距尖端 5 mm~10 mm 的顶端部分,将其立插于称好的煤焦油样品(见 7.1.1)中盖住大部分试样表面。将插有滤纸的试样烧杯放置于电加热板上,调整加热温度为 200 ℃,缓慢加热至样品浸透滤纸,点火器点燃滤纸,持续加热烧杯控制样品平稳燃烧,直到获得干性炭化残渣时为止。在持续加热过程中,控制温度使试样不至于溅出亦不从烧杯边缘溢出。

对黏稠样品,加热温度适当提高(一般在 200 ℃~250 ℃),应防范样品溅出。

7.1.3 高温灰化

试样燃烧火焰熄灭后,将盛有样品残渣的石英烧杯放入马弗炉中 750 ℃焙烧 3 h,直至无黑色残留物,待冷却至室温后取出石英烧杯。

7.1.4 溶解试样灰分

向 7.1.3 冷却至室温的样品中加入 5 mL 浓盐酸,将烧杯放置于电加热板上加热试样至样品完全被盐酸溶解,且浓缩至 2.5 mL 左右,注意避免试样溅出。待试样冷却至室温,转移至 50 mL 容量瓶中,用少量水冲洗烧杯至少 3 次,并将冲洗溶液完全转移至容量瓶中。用水定容至刻度,并摇匀,获得试样溶液。

7.2 仪器条件

使用不同型号仪器,应按所用仪器选择最佳工作条件。电感耦合等离子体发射光谱仪的典型工作条件见表 1。

表 1 电感耦合等离子体发射光谱仪的典型工作条件

功率/W	1 400
冷却气流量/(L/min)	12
辅助气流量/(L/min)	1.0
雾化器流量/(L/min)	1.0
进样量/(mL/min)	2
元素特征谱线/nm	Na 589.592
	Ca 317.933
	Mg 279.553
	Fe 259.941

7.3 校准工作曲线绘制

分别移取一定体积的钠、钙、镁、铁标准溶液(见 4.12、4.13、4.14、4.15)于一系列 100 mL 容量瓶中,移取体积如表 2 所示,再加入 5 mL 浓盐酸使其酸度与样品中酸度相当,加水稀释至刻度,摇匀。按照 7.2 的仪器工作条件,依次测试标准系列溶液中各元素在选定分析谱线处的响应强度,由低到高浓度进样测定,分别以各元素的光谱响应信号强度为纵坐标,对应的质量浓度为横坐标,绘制各元素的校准工作曲线,得到校准曲线回归方程,应保证试样溶液的测量浓度落在校准曲线的线性范围内。

表 2 标准溶液移取体积

单位为毫升

元素	标空	标一	标二	标三	标四	标五
Na	0	2	5	10	20	50
Ca	0	2	5	10	20	50
Mg	0	2	5	10	20	50
Fe	0	2	5	20	50	20 ^a
^a 标五中 Fe 标准溶液使用 4.11 铁标准溶液进行稀释得到。						

7.4 样品测定

7.4.1 按选定的仪器工作条件,在测定每个元素的标准系列溶液后,立即测定试样溶液(见 7.1.4)。从各元素校准工作曲线上查出试样溶液中被测元素的质量浓度。若样品中某待测元素的信号强度高于其校准工作曲线上限,应将试样溶液定量稀释至该元素工作曲线范围内再进行测定,稀释倍数为 k 。

7.4.2 按 7.1 和 7.4.1 的步骤做试剂空白试验。

7.5 结果计算

按式(1)计算试样中的钠、钙、镁、铁的含量:

$$\omega = \frac{(kc - c_0) \times V}{m} \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ω ——样品中待测元素的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg);

k ——稀释倍数;

c ——从工作曲线上查得的样品中待测元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

c_0 ——从工作曲线上查得的空白质量浓度,单位为毫克每升(mg/L);

V ——溶液的体积,单位为毫升(mL);

m ——试样的质量,单位为克(g)。

以两次重复测定结果的算术平均值表示其分析结果,数值修约按 GB/T 8170 规定进行,当测量结果大于 10 mg/kg 时,保留三位有效数字;测量结果小于 10 mg/kg 时,保留两位有效数字。

8 方法精密度

在重复性或再现性条件下获得的两次独立测试结果的绝对差值不超过表 3 中重复性限(r)或再现性限(R),超过重复性限或再现性限的情况不超过 5%。

表 3 方法精密度

含量(mg/kg)	重复性限	再现性限
1.0~10	0.9	1.5
>10.0~50.0	2.4	4.4
>50.0~200	4.5	16.9

注:本精密度是在所选煤焦油中钠、钙、镁、铁含量范围(1.0 mg/kg~200 mg/kg)内得到的数据统计的结果。

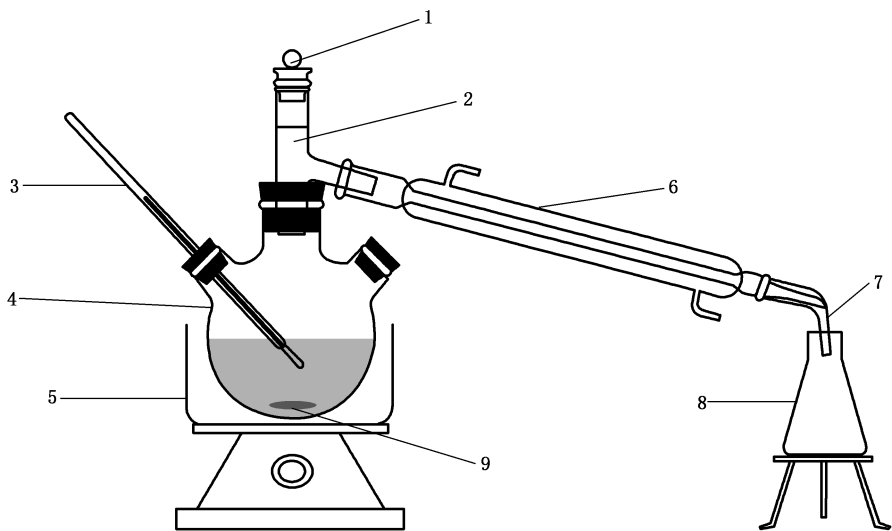
9 试验报告

试验报告至少应包括以下信息：

- a) 样品标识；
- b) 依据标准；
- c) 使用的方法；
- d) 试验结果；
- e) 与标准的任何偏离；
- f) 试验中出现的异常现象；
- g) 试验日期。

附 录 A
(规范性附录)
煤焦油样品脱水流程

将样品加入三口烧瓶中,体积不超过烧瓶的三分之二,加入磁搅拌子后,放入带有磁力搅拌功能的加热套中,按照图 A.1 连接蒸馏装置。接通冷凝管的水,打开磁力搅拌,开始加热,温度计读数显示大于 200 ℃时,停止加热,冷却到室温。同时将馏出物中的上清液回倒至样品中,搅拌均匀,得到脱水样品。



说明:

- 1——玻璃塞,24 mm/29 mm 标准磨口;
- 2——蒸馏头;
- 3——温度计,0 ℃~300 ℃;
- 4——三口烧瓶,250 mL,24 mm/29 mm 标准磨口;
- 5——磁力搅拌加热套;
- 6——直形冷凝管,24 mm/29 mm 标准磨口;
- 7——玻璃弯管;
- 8——锥形瓶,100 mL;
- 9——磁搅拌子。

图 A.1 煤焦油样品脱水装置示意图