

中华人民共和国国家标准

GB/T 16658—2007
代替 GB/T 16658—1996

煤中铬、镉、铅的测定方法

Determination of chromium, cadmium and lead in coal

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 发布
中国国家标准化管理委员会

前 言

本标准代替 GB/T 16658—1996《煤中铬、镉、铅的测定方法》。

本标准与 GB/T 16658—1996 相比,主要变化如下:

——镉、铅混合标准工作溶液由 50 $\mu\text{g/mL}$ 改为 20 $\mu\text{g/mL}$ (1996 年版的 3.8,本版的 4.9);

——铬标准工作溶液浓度由 50 $\mu\text{g/mL}$ 改为 20 $\mu\text{g/mL}$ (1996 年版的 3.9,本版的 4.10);

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。

本标准主要起草人:张克芮、姜金海、郑丽。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 16658—1996。

煤中铬、镉、铅的测定方法

1 范围

本标准规定了测定煤中铬、镉、铅的试剂、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

3 方法提要

煤样灰化后，用氢氟酸-高氯酸分解，在硝酸介质中加入硫酸钠消除镁等共存元素对铬的干扰，用原子吸收法进行测定。

4 试剂

除非另有说明，本标准所用试剂均为优级纯，所用水为去离子水。

4.1 氢氟酸(GB/T 620):40%以上。

4.2 高氯酸(GB/T 623):70.0%以上。

4.3 硝酸(GB/T 626)溶液:体积比为(1+1)。

4.4 硝酸(GB/T 626)溶液:体积比为(1+99)。

4.5 硫酸钠溶液:200 g/L。称取 200 g 无水硫酸钠(GB/T 9853)于 1 000 mL 烧杯中，加少量水溶解后，转移至 1 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。转入塑料瓶中。

4.6 镉标准储备溶液:1 mg/mL。

称取 1.000 0 g(称准至 0.000 2 g)高纯金属镉(质量分数为 99.99%)于 300 mL 烧杯中，加硝酸溶液(4.3)50 mL，待全部溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。转入塑料瓶中。

4.7 铅标准储备溶液:1 mg/mL。

称取 1.000 0 g(称准至 0.000 2 g)高纯金属铅(质量分数为 99.99%)于 300 mL 烧杯中，加硝酸溶液(4.3)50 mL，待完全溶解后移入 1 000 mL 容量瓶，用水稀释至刻度，摇匀。转入塑料瓶中。

4.8 铬标准储备溶液:1 mg/mL。

称取光谱纯重铬酸钾(GB 1259)2.828 8 g(称准至 0.000 2 g)于 300 mL 烧杯中，加水和硝酸溶液(4.3)各 50 mL，待完全溶解后移入 1 000 mL 容量瓶中，加水稀释至刻度，摇匀。转入塑料瓶中。

4.9 镉、铅混合标准工作溶液:各 20 μ g/mL。

准确吸取镉标准储备溶液(4.6)及铅标准储备溶液(4.7)各 10 mL 于 500 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(4.4)稀释至刻度，摇匀。转入塑料瓶中。

4.10 铬标准工作溶液:20 μ g/mL。

准确吸取铬标准储备溶液(4.8)10 mL 于 500 mL 容量瓶中，用硝酸溶液(4.4)稀释至刻度，摇匀。转入塑料瓶中。

5 仪器设备

- 5.1 原子吸收分光光度计:带背景扣除装置。
- 5.2 光源:铬、镉、铅元素空心阴极灯。
- 5.3 分析天平:感量 0.1 mg。
- 5.4 电热板:温度可调。
- 5.5 马弗炉:带有调温装置和烟囱,能保持温度 $500^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。
- 5.6 聚四氟乙烯坩埚:30 mL。

6 分析步骤

6.1 样品溶液的制备

6.1.1 称取一般分析煤样 1.9 g~2.1 g(称准至 0.000 2 g)于灰皿中,铺平,放入马弗炉中,由室温缓慢加热至 $500^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$,在此温度下灼烧至无含碳物为止(至少 4 h)。

注:煤样灰分不小于 30%时称取 1 g。

6.1.2 将灰样(6.1.1)全部转入聚四氟乙烯坩埚中,用少量水润湿,加高氯酸(4.2)4 mL,氢氟酸(4.1)10 mL,置于电热板上缓缓加热,蒸至近干。取下坩埚,稍冷后用少量水将坩埚内壁的水珠冲下,再加氢氟酸(4.1)10 mL,继续在电热板加热至白烟冒尽。取下坩埚,稍冷,加硝酸溶液(4.3)10 mL,水 10 mL,放在电热板加热至近沸并保持 1 min。取下坩埚,用热水将坩埚中溶液转入 100 mL 容量瓶中,冷至室温,加水稀释至刻度,摇匀。此溶液为样品溶液。

6.2 样品空白溶液的制备

每分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试样外,其余操作同 6.1.2。此溶液为样品空白溶液。

6.3 待测样品溶液的制备

6.3.1 铬待测样品溶液:准确吸取样品溶液(6.1.2)和样品空白溶液(6.2)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。

6.3.2 镉、铅待测样品溶液:即样品溶液(6.1.2)和样品空白溶液(6.2)。

6.4 系列标准溶液的制备

6.4.1 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(4.10)0 mL,1 mL,2 mL,3 mL,4 mL,5 mL,硝酸溶液(4.3)4 mL 及硫酸钠溶液 15 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

6.4.2 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(4.9)0 mL,1 mL,2 mL,3 mL,4 mL,5 mL 及硝酸溶液(4.3)4 mL,用水稀释至刻度,摇匀。

6.5 测定

6.5.1 仪器工作条件的确定:除表 1 所规定的各元素的分析线和所使用的火焰气体外,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 各元素的分析线和所使用的火焰气体

元素	分析线/nm	火焰气体
Cr	357.9	乙炔-空气
Cd	228.8	乙炔-空气
Pb	217.0	乙炔-空气

6.5.2 工作曲线的绘制:在 6.5.1 确定的仪器工作条件下,以标准空白溶液调零,测定标准系列溶液(6.4.1 和 6.4.2)中各元素的吸光度,以各待测元素的浓度($\mu\text{g/mL}$)为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制各待测元素的工作曲线。

6.5.3 样品测定:在 6.5.1 确定的仪器工作条件下,以待测样品空白溶液调零,测定各待测样品溶液(6.3.1 和 6.3.2)中各元素的吸光度,然后从工作曲线上查出各元素的浓度。

7 结果计算

空气干燥煤样中铬、镉和铅的质量分数($\mu\text{g/g}$)分别按式(1)和式(2)计算:

$$C_{r_{ad}} = \frac{200\rho}{m} \dots\dots\dots (1)$$

$$Cd(Pb)_{ad} = \frac{100\rho}{m} \dots\dots\dots (2)$$

式中:

ρ ——从工作曲线上查得的各待测元素的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

m ——样品质量,单位为克(g)。

计算结果按 GB/T 483 数字修约规则,铬和铅修约至整数,镉修约至小数点后一位。

8 方法精密度

铬、镉、铅的测定结果的精密度如表 2 规定。

表 2 煤中铬、镉、铅测定结果的精密度

元素	质量分数/($\mu\text{g/g}$)	重复性限/($\mu\text{g/g}$)
$C_{r_{ad}}$	5~50	3
Cd_{ad}	1~20	0.5
Pb_{ad}	10~100	5

9 试验报告

试验报告应包括下列信息:

- 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。

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准

煤中铬、镉、铅的测定方法

GB/T 16658—2007

*

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

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

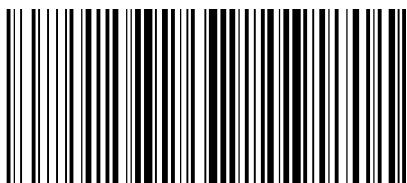
2008年3月第一版

*

书号:155066·1-30831

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68522006



GB/T 16658—2007