



中华人民共和国国家标准

GB/T 19226—2003

煤 中 钒 的 测 定 方 法

Determination of vanadium in coal

2003-07-01 发布

2003-11-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国家质量监督检验检疫总局 发 布

前 言

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：傅 丛、邱 蔚。

煤 中 钒 的 测 定 方 法

1 范围

本标准规定了煤中钒测定的方法提要、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算和方法的精密密度。

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)或修订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,然后用碱熔融、沸水浸取。浸取液中加掩蔽剂以消除干扰元素的影响。在磷酸介质中,五价钒与 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙胺基苯酚(Br-PADAP)和过氧化氢形成有色的三元络合物,然后进行光度测量,求得钒含量。

4 试剂和材料

4.1 过氧化钠:粒状。

4.2 氢氧化钠(GB 629):粒状。

4.3 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=1\text{ mol/L}$ 。

称取 40 g 氢氧化钠,溶于 1 L 水中。

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

吸取 27.8 mL 浓硫酸(GB 625)慢慢加入一定量的水中并不停搅拌,冷却至室温后,稀释至 1 L。

4.5 硫酸溶液:体积比为 1+6。

将 10 mL 浓硫酸慢慢加入 60 mL 的水中并不停搅拌,冷却至室温后,装瓶备用。

4.6 混合掩蔽剂:

称取 2.5 g 1,2-环己二胺四乙酸(CYDTA),用少量氢氧化钠溶液(4.3)溶解,加 5 g 氟化钠(GB 1264)、25 g 焦磷酸钠(GB 3107),用水溶解并稀释至 500 mL,储于塑料瓶中。

4.7 缓冲溶液: $\text{pH}=1.7$ 。

称取 110 g 磷酸氢二钠(GB 1263)溶于水中,加 100 mL 磷酸(GB 282),用水稀释至 1 L。

磷酸应进行如下预处理:取一定量的磷酸,加热至冒泡,滴加 3.2 g/L 的高锰酸钾(GB 643)溶液至溶液呈稳定微红色,装瓶备用。

4.8 Br-PADAP 乙醇溶液:0.5 g/L。

称取 0.25 g 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙胺基苯酚(Br-PADAP)溶于 500 mL 无水乙醇(GB 678)中。

4.9 过氧化氢溶液:体积分数 3%。

取 3 mL 过氧化氢(GB 6684),加 97 mL 水,现配现用。

4.10 五氧化二钒标准溶液储备液:100 $\mu\text{g/mL}$ 。

称取经 400℃~500℃煅烧 2 h 的五氧化二钒(HG 3485)0.100 0 g(称准至 0.000 2 g),加入 10 mL 氢氧化钠溶液(4.3)溶解,然后用 10 mL 硫酸溶液(4.4)中和并过量 5 mL,将溶液移入 1 L 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀放置备用。

4.11 五氧化二钒标准工作溶液:10 μg/mL。

吸取上述溶液 50.0 mL 于 500 mL 容量瓶中,用水稀释到刻度,摇匀。

4.12 对硝基苯酚指示剂:1 g/L 乙醇溶液。

4.13 定性滤纸:中速。

5 仪器和设备

5.1 马弗炉:能控温在(600±10)℃和(650±10)℃,通风良好。

5.2 分光光度计。

5.3 刚玉坩埚:容量 25 mL~30 mL。

5.4 分析天平:感量 0.1 mg。

5.5 容量瓶:50 mL 和 100 mL。

5.6 烧杯:250 mL。

5.7 移液管:单刻度,1 mL、2 mL、3 mL、5 mL、10 mL。

5.8 电炉:1 000 W,温度可调。

6 测定步骤

6.1 工作曲线的绘制

6.1.1 分别用移液管(5.7)吸取 0 mL、1.0 mL、2.0 mL、3.0 mL、4.0 mL 和 5.0 mL 五氧化二钒标准工作溶液(4.11),于 50 mL 容量瓶中,加 5 mL 混合掩蔽剂(4.6)、2 滴对硝基苯酚指示剂(4.12),用硫酸溶液(4.5)调到溶液由黄色变为无色。

6.1.2 加 10 mL 缓冲溶液(4.7)、2 mL Br-PADAP 乙醇溶液(4.8),摇匀,再加 1 mL 过氧化氢溶液(4.9),加水稀释到刻度,摇匀,放置 60 min。

6.1.3 在分光光度计上,用 10 mm 比色皿于 600 nm 波长下,以标准空白溶液为参比,测量各标准溶液的吸光度。

6.1.4 以五氧化二钒含量(μg)为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制工作曲线。

6.2 煤样测定

6.2.1 煤样的灰化

准确称取粒度小于 0.2 mm 的空气干燥煤样 1 g(称准至 0.000 2 g)于坩埚(5.3)中,放入马弗炉(5.1),由室温逐渐加热至(600±10)℃,并在此温度下灼烧至少 1 h,直至无黑色炭粒,取出坩埚并冷却至室温。

注:可根据钒的含量适当增减称样量。

6.2.2 灰样的处理

在盛有灰样的刚玉坩埚中加入 4 g 氢氧化钠(4.2)和 1 g 过氧化钠(4.1),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±10)℃,在此温度下熔融 10 min~15 min,取出坩埚并冷却至室温。

将坩埚放入烧杯(5.6)中,加 50 mL~60 mL 沸水,于电炉(5.8)上煮沸 1 min~2 min。取下烧杯,用热水洗涤坩埚。将溶液移入 100 mL 容量瓶(5.5)中,冷却至室温,用水稀释到刻度,摇匀,静置过夜或用定性滤纸(4.13)干过滤。

注:干过滤是指所用的仪器和材料(如漏斗、烧杯和滤纸等)均为干燥和洁净时的过滤。

6.2.3 样品空白溶液的制备

分解一批样品应同时制备一个样品空白溶液,制备方法同 6.2.2,只是不加灰样。

6.2.4 测定

准确吸取样品上部清液或滤液 10 mL 及样品空白溶液(6.2.3)10 mL,分别放入 50 mL 容量瓶中,加 5 mL 混合掩蔽剂,2 滴对硝基苯酚指示剂,用硫酸溶液(4.5)小心调到黄色变为无色。按 6.1.2 和 6.1.3 但以样品空白溶液为参比,测定样品溶液的吸光度。从工作曲线上查得样品溶液中五氧化二钒的含量(μg)。

注:可根据试样总溶液中钒含量适当增减吸液量。

7 结果计算

空气干燥煤样中钒的质量分数 V_{ad} ($\mu\text{g/g}$)按公式(1)计算:

$$V_{\text{ad}} = \frac{m_1}{m} \times \frac{100}{V} \times 0.56 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的样品溶液中五氧化二钒的含量,单位为微克(μg);

m ——空气干燥煤样的质量,单位为克(g);

V ——从 100 mL 试样溶液中分取的溶液体积,单位为毫升(mL);

0.56——由五氧化二钒换算成钒的因子。

计算结果按 GB/T 483 中的规则修约至小数点后 1 位,取重复测定结果的平均值修约到个位报出。

8 方法精密度

煤中钒测定结果的精密度如表 1 规定:

表 1 煤中钒测定结果的精密度

钒含量/ ($\mu\text{g/g}$)	重复性限(V_{ad})	再现性临界差(V_{d})
≤ 200	6 $\mu\text{g/g}$	20 $\mu\text{g/g}$
> 200	5% (相对)	15% (相对)

9 试验报告

试验报告应包含下列信息:

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