

中华人民共和国国家标准

GB/T 8208—2007
代替 GB/T 8208—1987

煤中镓的测定方法

Determination of gallium 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 8208—1987《煤中镓的测定方法》。

本标准与 GB/T 8208—1987 相比,主要变化如下:

——删除了原标准中的目视比色法(1987 年版中的 3.4);

——根据 GB/T 1.1—2000《标准化工作导则 第 1 部分:标准的结构和编写规则》以及 GB/T 483—2007《煤炭分析试验方法一般规定》修改了标准的书写格式、计量单位和符号。

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、河北煤田地质研究所。

本标准主要起草人:杨华玉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB/T 8208—1987。

煤中镓的测定方法

1 范围

本标准规定了煤中镓的碱熔融—萃取分离—罗丹明 B 分光光度法和酸熔融—萃取分离—罗丹明 B 分光光度法的方法提要、试剂材料、仪器设备、试验步骤、结果表述和方法精密度等。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤,测量范围为(1~100) $\mu\text{g/g}$ 。

仲裁分析时,应采用碱熔融—萃取分离—罗丹明 B 分光光度法。

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 212 煤的工业分析方法(GB/T 212—2001, eqv ISO 11722:1999, eqv ISO 1171:1997, eqv ISO 562:1998)

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

3 方法提要

煤样灰化后用碱熔融,盐酸酸化,蒸干使硅酸脱水,或用硫酸、盐酸、氢氟酸混合酸分解。将熔融物或分解物用 6 mol/L 盐酸溶解,加入三氯化钛溶液消除干扰元素的影响,加入罗丹明 B 溶液与氯镓酸形成有色络合物,用苯-乙醚萃取,然后用分光光度计进行测定。

4 试剂和材料

4.1 水:去离子水或同等纯度的蒸馏水。

4.2 硫酸溶液:体积比为 1+1,1 体积硫酸(GB/T 625)缓慢加入 1 体积水中,混匀。

4.3 盐酸溶液:约 6 mol/L,1 体积盐酸(GB/T 622)加入到 1 体积水中,混匀。

4.4 氢氟酸(GB/T 620):相对密度 1.15。

4.5 氢氧化钠(GB/T 622)。

4.6 乙醇(GB/T 679):95%以上。

4.7 三氯化钛(HG 3122)溶液:质量分数为 15.0%~20.0%。

4.8 罗丹明 B 溶液:5 g/L。

称取 0.5 g 罗丹明 B 溶于 100 mL 盐酸溶液(4.3)中。

4.9 镓贮备标准溶液:100 $\mu\text{g/mL}$ 。

称取光谱纯二氧化镓 0.134 4 g 于 200 mL 烧瓶中,加入盐酸溶液(4.3)20 mL~30 mL,加热至完全溶解。冷却后将溶液转入 1 L 容量瓶中,用盐酸溶液洗净烧瓶,洗液并入容量瓶中。用盐酸溶液稀释到刻度,摇匀备用。

注:镓贮备标准液也可使用市售有证标准物质。

4.10 镓中间标准溶液:10 $\mu\text{g/mL}$ 。

准确吸取镓贮备标准溶液(4.9)10 mL 至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用。

4.11 镓工作标准溶液:1 $\mu\text{g/mL}$ 。

准确吸取镓中间标准溶液 10 mL 至 100 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀备用。

4.12 苯-乙醚溶液:体积比为3+1,3体积苯(GB/T 690)与1体积乙醚(HG 3-1002)混匀。

5 仪器设备

- 5.1 分析天平:感量 0.1 mg。
- 5.2 分光光度计:波长范围(200~1 000)nm,波长精度±1 nm。
- 5.3 马弗炉:控温范围(500~800)°C,控温精度±10°C,炉子后壁上部有直径(25~30)mm的烟囱。
- 5.4 电热板:温度可调。
- 5.5 聚四氟乙烯坩埚:容量 30 mL。
- 5.6 银坩埚:容量 30 mL,带盖。
- 5.7 容量瓶:容量 50 mL。
- 5.8 比色管:带盖,容量 25 mL。
- 5.9 灰皿:瓷质,底面 45 mm×22 mm,上口为 55 mm×25 mm,高为 14 mm。
- 5.10 烧杯:容量 250 mL~300 mL。
- 5.11 表面皿:直径 100 mm。

6 试验步骤

6.1 工作曲线的绘制

分别准确吸取 0 mL,1 mL,2 mL,3 mL,4 mL,5 mL 镓工作标准溶液(4.11)于 25 mL 带盖比色管(5.8)中,用盐酸溶液(4.3)稀释到 10 mL;加入三氯化钛溶液(4.7)0.5 mL,摇匀。放置 5 min 后,加入罗丹明 B 溶液(4.8)2 mL,摇匀。然后加入苯-乙醚溶液(4.12)6 mL,摇动萃取 2 min。静置分层后用干燥的吸液管小心吸取有机萃取液,放入比色皿中,在 560 nm 波长下以标准空白溶液为参比,测定标准系列的吸光度。以镓的质量(μg)为横坐标,吸光度为纵坐标,绘制镓的工作曲线。

工作曲线的绘制与样品溶液的测定同时进行。

6.2 待测样品溶液的制备

6.2.1 煤样的灰化

称取一般分析煤样 1 g(称准至 0.000 2 g)于灰皿中,铺平,放入马弗炉中,半开炉门,由室温逐渐升温到 550°C(至少 30 min),并在(550±10)°C下保温 2 h,然后再升温至(700±10)°C,灰化至少 2 h 至无黑色炭粒为止。

6.2.2 灰样的处理

6.2.2.1 碱熔法

将灰样全部转入带盖的银坩埚中,加入少量乙醇(4.6)将灰润湿,加入氢氧化钠(4.5)4 g。坩埚盖上盖、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(650~700)°C,在此温度下熔融 15 min,取出坩埚并冷却至室温。

将坩埚和盖平放在 250 mL 烧杯中,往坩埚中加入乙醇 1 mL 和 100 mL 沸水,立即盖上表面皿;待浸取完全后,用热水洗涤坩埚和盖。沿烧杯壁缓慢加入盐酸溶液(4.3)10 mL,盖上表面皿;待熔融物溶解完全后,取下并用热水冲洗表面皿。将烧杯放在低温电热板上加热,当盐类析出并略干涸时,用平头玻璃棒不断搅拌并研碎盐块,直到完全干涸为止。取下烧杯,稍冷后加入盐酸溶液并充分搅拌直至完全溶解。试液转入 50 mL 容量瓶中,用盐酸溶液洗涤烧杯,洗液并入容量瓶。用盐酸溶液稀释至刻度,摇匀后静置,供光度测定用。

6.2.2.2 酸溶法

将灰样全部转入聚四氟乙烯坩埚中,用少量水将灰样润湿,加入硫酸溶液(4.2)0.5 mL、盐酸溶液 2 mL、氢氟酸(4.4)5 mL~7 mL(根据硅含量多少而增减)。把坩埚放在低温电热板上缓缓加热(温度约为 100°C)至氢氟酸驱尽后再适当提高温度继续加热,直至冒硫酸酐白烟(但不要干涸)为止。稍冷,

加入盐酸溶液 5 mL,继续加热至完全溶解。取下坩埚,稍冷后将溶液转入 50 mL 容量瓶中,用盐酸溶液洗涤坩埚,洗液并入容量瓶,用盐酸溶液稀释至刻度,摇匀后静置,供光度测定用。

6.3 样品处理空白溶液的制备

分解一批样品应同时制备一个空白溶液,空白溶液的制备除不加灰样外,其余操作同 6.2。

6.4 光度测定

用单刻度移液管分别准确吸取样品溶液(6.2)和样品处理空白溶液(6.3)各 10 mL(样品溶液的镓含量高时适当减少吸液量,并用盐酸溶液稀释至 10 mL)于 25 mL 带盖的比色管中,滴加三氯化钛溶液至出现稳定的紫色。摇匀,放置 5 min 后,加入罗丹明 B 溶液 2 mL,摇匀。加入苯-乙醚溶液 6 mL,萃取 2 min。静置分层后用干燥的吸液管小心吸取有机萃取液,放入 10 mm 厚的比色皿中。在 560 nm 波长下、以样品处理空白溶液为参比、测定样品溶液的吸光度。从工作曲线查得样品溶液中镓的含量(μg)。

6.5 结果计算

一般分析煤样中镓的质量分数 G_{ad} ($\mu\text{g}/\text{g}$),按式(1)计算:

$$G_{\text{ad}} = \frac{m_1}{m} \times \frac{50}{V} \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

m_1 ——从工作曲线上查得的样品溶液的镓的质量,单位为微克(μg);

m ——分析煤样的质量,单位为克(g);

V ——从 50 mL 试样溶液中分取的溶液体积,单位为毫升(mL);

50——定容时样品溶液的体积,单位为毫升(mL)。

计算结果按 GB/T 483 的规则修约至小数点后 1 位。取重复测定结果的平均值换算成干燥基并修约到个位报出。

7 方法精密度

煤中镓测定结果的精密度如表 1 规定:

表 1 煤中镓测定结果的精密度

镓的质量分数 $G_{\text{ad}}/(\mu\text{g}/\text{g})$	重复性限 G_{ad}	再现性临界差 G_{ad}
<10	2 $\mu\text{g}/\text{g}$	3 $\mu\text{g}/\text{g}$
10~50	20%(相对)	30%(相对)
>50	15%(相对)	20%(相对)

8 试验报告

试验报告至少应包含下列信息:

- 试样标识;
- 依据标准;
- 测定结果;
- 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
煤中镓的测定方法
GB/T 8208—2007

*

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

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

*

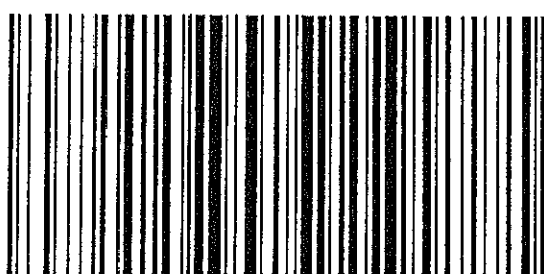
开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 7 千字
2008年3月第一版 2008年3月第一次印刷

*

书号:155066·1-30830 定价 10.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533



GB/T 8208-2007