

版权所有 · 禁止翻制、电子发售

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 2697—2010

进出口煤炭中硫、磷、砷和氯的测定 X 射线荧光光谱法

Determination of sulfur, phosphorus, arsenic and chloride
in coal for import and export—X-ray fluorescence spectrometric method

2010-11-01 发布

2011-05-01 实施

中 华 人 民 共 和 国
国 家 质 量 监 督 检 验 检 疫 总 局 发 布

版权所有 · 禁止翻制、电子发售

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位：中华人民共和国天津出入境检验检疫局、中华人民共和国山西出入境检验检疫局。

本标准主要起草人：谷松海、宋义、潘宏伟、郭芬、魏伟、赵发宝。

版权所有 · 禁止翻制、电子发售

进出口煤炭中硫、磷、砷和氯的测定 X 射线荧光光谱法

1 范围

本标准规定了煤炭中硫、磷、砷和氯含量的 X 射线荧光光谱测定方法。

本标准适用于进出口烟煤、无烟煤和褐煤中硫、磷、砷和氯含量的测定,各元素测定范围见表 1。

表 1 各元素测定范围

%

元 素	测定范围(质量分数)
S	0.28~3.50
P	0.007~0.090
As	0.000 5~0.005
Cl	0.010~0.30

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 212 煤的工业分析方法

GB/T 474 煤样的制备方法

GB/T 475 商品煤样采取方法

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 16597 冶金产品分析方法 X 射线荧光光谱仪通则

3 方法提要

将煤样研磨至一定细度后压制成片,测量待测元素的 X 射线荧光强度。根据待测元素的 X 射线荧光强度与待测元素含量之间的定量关系,选用回归方程及数学校正模式,计算出待测元素含量。

4 试剂和材料

除另有说明外,所用试剂均为分析纯,水为 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 二氧化硅,基准试剂,1 000 °C 灼烧 1 h,置于干燥器中储存。
- 4.2 氯化钠,基准试剂,500 °C 烘至恒重,置于干燥器中储存。
- 4.3 硼酸,105 °C 烘 1 h,置于干燥器中储存。
- 4.4 微晶纤维素。

4.5 气体, 流量计计数器使用的气体比例是 90% 的氩气和 10% 的甲烷混合气体。

5 仪器

5.1 波长色散 X 射线荧光光谱仪, 符合 GB/T 16597 规定。

5.2 分析天平, 感量为 0.2 mg。

5.3 压片机, 压力不小于 200 kN。

5.4 研磨设施, 玛瑙、刚玉或碳化钨研钵及研杵, 也可使用自动研磨设备。

6 取样和制样

按 GB/T 475 及 GB/T 474 的规定进行取样和制样, 粒度应小于 0.2 mm。

7 试样制备

将空气干燥煤样(第 6 章)置于研磨设施的研钵(5.4)中, 研磨至粒度小于 75 μm 。

8 分析步骤

8.1 试样水分含量测定

按 GB/T 212 规定测试试样(第 7 章)水分含量。称取一定量的空气干燥煤样(第 6 章), 置于 105 $^{\circ}\text{C}$ 烘箱内, 于空气流中干燥至恒重。根据试样的质量损失计算水分含量。

8.2 试样片制备

准确称取 7 g 经过研磨的试样(第 7 章)和 1 g 微晶纤维素于研磨设施的研钵(5.4)中, 精确至 0.2 mg, 研磨至充分混匀后, 称取约 6 g, 精确至 0.1 g, 以硼酸(4.3)镶边垫底, 用压片机(5.3)在 300 kN 压力下保持 40 s 压制成试样片。用洗耳球吹去表面可能存在的颗粒物, 放入干燥器中。避免接触试样片表面, 防止污染和损伤试样片。

制好试样片后, 目测检查试样片是否光滑平整, 如试样片存在裂纹、脱落等缺陷应该舍弃, 重新制备合格的试样片。

8.3 标准样品制备

所选标准样品应覆盖表 1 中给出的各元素含量范围。采用煤炭有证标准物质、煤炭有证标准物质互配及煤炭有证标准物质与二氧化硅(4.1)、氯化钠(4.2)等相互混合等方式组成系列标准样品, 参见附录 A。

将标准样品按照 8.2 制备标准样品。

8.4 标准曲线建立

8.4.1 测量条件

各元素特征谱线的测量条件通过优化获得, 参见附录 B。

8.4.2 标准曲线的制作和校正

用制备的标准样品(8.3), 按照(8.4.1)选定的测量条件建立标准曲线。可采用经验系数法或线性

回归法校正标准曲线。

9 测量

9.1 测定次数

对同一空气干燥煤样,平行测定 2 次。

9.2 试样测量

制备的试样片,在 8.4.1 选定条件下进行测量。

9.3 测试结果的验证

每次分析时,至少使用 1 个含量相近,类型相同的煤炭标准物质验证分析结果。

10 结果计算

所有元素的结果报告均以干基形式给出,按 GB/T 483 的规定以式(1)进行空气干燥基与干基结果换算,用%表示:

$$w_i = w_{\text{adi}} \times \left(\frac{100}{100 - M_{\text{ad}}} \right) \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_i ——测试元素干基含量(质量分数),以%表示;

w_{adi} ——测试元素空气干燥基含量(质量分数),以%表示;

M_{ad} ——煤样(7.1)水分含量(质量分数),以%表示。

11 精密度

在同一实验室,由同一操作者使用相同的设备,按相同的测试方法,并在短时间内对同一被测对象相互独立进行的测试获得的两次测试结果的绝对差值不大于这两个测定值的算术平均值的 10%,以大于这两个测定值的算术平均值的 10%的情况不超过 5%为前提。

附录 A
(资料性附录)
标准样品的制备

A.1 范围

本附录给出了建立工作曲线用标准样品的参考制备方法。

A.2 煤炭标准物质的选择

可选择的煤炭有证标准物质包括:GBW11115、GBW11116、GBW11117、GBW11118、GBW11119、GBW11120、GBW11103f、GBW11107i、GBW11102i、GBW11112c、GBW11109d、GBW11101k等 12 个,其各元素含量见表 A.1。

表 A.1 煤炭有证标准物质各元素含量

%

煤炭有证标准物质 编号	各元素含量(质量分数)			
	S	P	As	Cl
GBW11115	—	0.031	0.001 5	—
GBW11116	—	0.007	0.003 4	—
GBW11117	—	0.092	0.005 1	—
GBW11118	—	—	—	0.010
GBW11119	—	—	—	0.057
GBW11120	—	—	—	0.11
GBW11103f	0.28	—	—	—
GBW11107i	0.95	—	—	—
GBW11102i	1.69	—	—	—
GBW11112c	1.15	—	—	—
GBW11109d	3.53	—	—	—
GBW11101k	0.49	—	—	—

注：“—”代表没有给出该元素含量数值。

A.3 建立工作曲线用标准样品的配制

为了获得更好的待测元素梯度范围,以煤炭有证标准物质(表 A.1)互配及煤炭有证标准物质与二氧化硅(4.2)、氯化钠(4.3)等按照表 A.2 互相混合配制成 8 个合成标准样品,与煤炭有证标准物质(A.2)共同组成 20 个标准样品,用于建立工作曲线。合成标准样品中各元素含量见表 A.3。

版权所有 · 禁止翻制、电子发售

表 A.2 合成标准样品的配置

合成标准样品	加入物质名称	质量/g
1#	GBW11115	3.500 0
	GBW11116	3.500 0
2#	GBW11115	3.500 0
	GBW11117	3.500 0
3#	GBW11116	3.500 0
	GBW11117	3.500 0
4#	GBW11118	3.500 0
	GBW11119	3.500 0
5#	GBW11118	3.500 0
	GBW11120	3.500 0
6#	GBW11119	3.500 0
	GBW11120	3.500 0
7#	GBW11115	2.600 0
	SiO ₂	4.400 0
8#	GBW11120	6.980 0
	NaCl	0.020 0

表 A.3 合成标准样品中各元素含量

%

合成标准样品	各元素含量(质量分数)			
	S	P	As	Cl
1#	—	0.019	0.002 4	—
2#	—	0.062	0.003 3	—
3#	—	0.050	0.004 2	—
4#	—	—	—	0.034
5#	—	—	—	0.060
6#	—	—	—	0.084
7#	—	0.011 3	0.000 5	—
8#	—	—	—	0.316

注：“—”代表没有给出该元素含量数值。

附录 B

(资料性附录)

X 射线荧光光谱仪的测量条件

推荐 X 射线荧光光谱仪的测量条件见表 B.1,除测量角度外,峰位与背景位的其他测量条件相同。

表 B.1 X 射线荧光光谱仪测量条件

元素	分析谱线	晶体	电压/电流 kV/mA	准直器 (°)	检测器	谱峰角度 (2θ) (°)	谱峰测量 时间 s
S	S $K\alpha$	PET	30/100	0.46	FC	75.795	100
P	P $K\alpha$	PET	30/100	0.46	FC	89.465	100
As	As $K\beta$	LiF200	60/50	0.46	FC+SC	30.472	100
Cl	Cl $K\alpha$	PET	30/100	0.46	FC	65.455	100

注：FC 为流气正比计数检测器,SC 为闪烁计数检测器。

版权所有 · 禁止翻制、电子发售

SN/T 2697—2010

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
进出口煤炭中硫、磷、砷和氯的测定
X 射线荧光光谱法
SN/T 2697—2010

*

中国标准出版社出版
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

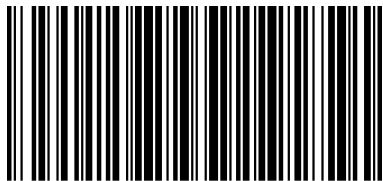
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 12 千字
2011 年 3 月第一版 2011 年 3 月第一次印刷
印数 1—1 600

*

书号: 155066 · 2-21626 定价 16.00 元



SN/T 2697—2010