



中华人民共和国国家标准

GB/T 216—2003
代替 GB/T 216—1996

煤 中 磷 的 测 定 方 法

Determination of phosphorus in coal

(ISO 622:1981, Solid mineral fuels—Determination of phosphorus content—Reduced molybdophosphate photometric method, NEQ)

2003-07-01 发布

2003-11-01 实施

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

前 言

本标准对应于 ISO 622:1981《固体矿物燃料 磷含量的测定 还原磷钼酸盐光度法》(英文版)。
本标准与 ISO 622 的一致性程度为非等效,主要差异如下:

——样品分解方法中,删除了湿氧化法,只采用干氧化法。

——增加了直接称取煤样质量,再灰化处理的方法。

本标准代替 GB/T 216—1996《煤中磷的测定方法》。

本标准与 GB/T 216—1996 相比主要变化为:

——取消了附录 A“盐酸-高氯酸分解灰样法”1996 年版的附录 A。

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,云南煤田地勘公司 143 队。

本标准主要起草人:张克芮、马尊美。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

GB 216—63,GB 216—82,GB/T 216—1996。

煤 中 磷 的 测 定 方 法

1 范围

本标准规定了煤中磷测定的方法提要、试剂、仪器设备、测定步骤、结果表达及精密度。
本标准适用于褐煤、烟煤、无烟煤和焦炭。

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 1171:1997)

3 方法提要

煤样灰化后用氢氟酸-硫酸分解，脱除二氧化硅，然后加入钼酸铵和抗坏血酸，生成磷钼蓝后，用分光光度计测定吸光度。

4 试剂

- 4.1 氢氟酸(GB/T 620):40%(质量分数)。
- 4.2 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=10\text{ mol/L}$,量取浓硫酸(GB/T 625)278 mL缓慢加入适量水中,边加边搅拌,然后用水稀释至1 000 mL。
- 4.3 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=7.2\text{ mol/L}$,量取浓硫酸200 mL,缓慢加入适量水中,边加边搅拌,然后用水稀释至1 000 mL。
- 4.4 钼酸铵-硫酸溶液:将17.2 g钼酸铵(GB/T 657)溶解在适量硫酸溶液(4.3)中,并用硫酸溶液(4.3)稀释至1 000 mL。
- 4.5 抗坏血酸溶液:称取抗坏血酸5 g,溶于100 mL水中,现用现配。
- 4.6 酒石酸锑钾溶液:称取酒石酸锑钾0.34 g溶于250 mL水中。
- 4.7 混合溶液:往35 mL钼酸铵-硫酸溶液(4.4)中加10 mL抗坏血酸溶液(4.5)及5 mL酒石酸锑钾溶液(4.6),混匀,使用时配制。
- 4.8 磷标准贮备溶液(0.1 mg/mL):准确称取在110℃下干燥1 h的优级纯磷酸二氢钾(GB/T 1274)0.439 2 g溶于水中,并用水稀释至1 000 mL。
- 4.9 磷标准工作溶液(0.01 mg/mL):取10.0 mL磷标准储备溶液(4.8)用水稀释至100 mL,使用时配制。

5 仪器设备

- 5.1 分析天平:感量0.1 mg。
- 5.2 马弗炉:带有调温装置和烟囱,能保持温度 $(815\pm 10)^\circ\text{C}$ 。
- 5.3 分光光度计或光电比色计。
- 5.4 铂或聚四氟乙烯坩埚:容量为25 mL~30 mL。
- 5.5 容量瓶:50 mL,100 mL和1 000 mL。
- 5.6 电热板:温度可调。