

ICS 73.040
D 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 8207—2007
代替 GB/T 8207—1987

煤中锗的测定方法

Determination of germanium 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
中国国家标准化管理委员会 发布

前 言

本标准代替 GB/T 8207—1987《煤中锗的测定方法》。

本标准与 GB/T 8207—1987 相比,主要变化如下:

- 修改了标准的有关术语、计量单位和符号;
- 增加了前言、范围、规范性引用文件和试验报告四部分;
- 修改了结果计算公式(1987年版的 1.4,本版的 3.5);
- 修改了方法精密度(1987年版的 1.5,本版的 3.6);
- 修改了萃取分离—苯芴酮分光光度法中待测样品和样品空白溶液的制备方法(1987年版的 2.3.2和 2.3.3,本版的 4.4.2和 4.4.3)。

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 8207—1987。

煤中锆的测定方法

1 范围

本标准规定了煤中锆的蒸馏分离—苯芴酮分光光度法和萃取分离—苯芴酮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。在仲裁分析时,应采用蒸馏分离—苯芴酮比色法。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。测量范围为(1~200) $\mu\text{g/g}$ 。

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 蒸馏分离—苯芴酮分光光度法

3.1 方法提要

将一般分析煤样灰化后用硝酸、磷酸和氢氟酸混合酸分解,然后制成盐酸(6 mol/L)溶液并进行蒸馏,使锆以四氯化锆的形态逸出,用水吸收并与干扰元素分离。在1.2 mol/L盐酸溶液下用苯芴酮显色并用分光光度计进行光度测定。

3.2 试剂和材料

3.2.1 水:去离子水或同等纯度的蒸馏水。

3.2.2 硝酸(GB/T 626):相对密度1.42。

3.2.3 磷酸(GB/T 1282):相对密度1.88。

3.2.4 氢氟酸(GB/T 620):相对密度1.15。

3.2.5 盐酸(GB/T 622):相对密度1.19。

3.2.6 硫酸(GB/T 625):相对密度1.84。

3.2.7 盐酸溶液:约6 mol/L,1体积的盐酸(3.2.5)加1体积水,混匀。

3.2.8 盐酸溶液:约7 mol/L,580 mL盐酸(3.2.5)加420 mL水,混匀。

3.2.9 盐酸溶液:约0.1 mol/L,8 mL盐酸(3.2.5)加992 mL水,混匀。

3.2.10 氢氧化钠溶液:0.1 mol/L,4 g氢氧化钠(GB/T 622)溶于1 000 mL水中。

3.2.11 硼酸(GB/T 628)。

3.2.12 乙醇(GB/T 679):95%以上。

3.2.13 亚硫酸钠溶液:12 g/100 mL,12 g无水亚硫酸钠(HG 3-1078)溶于100 mL水中。

3.2.14 动物胶溶液:10 mg/mL。

称取1 g动物胶溶于100 mL、(80~90) $^{\circ}\text{C}$ 的水中并过滤。使用前配制。

3.2.15 锆贮备标准溶液:100 $\mu\text{g/mL}$ 。

称取光谱纯二氧化锆0.1441 g于400 mL烧杯中,加入氢氧化钠溶液(3.2.10)1 mL和水50 mL,加热溶解;加入0.1 mol/L盐酸溶液1 mL中和并过量1 mL。溶液转入1 L容量瓶中,用水洗净烧杯,洗液并入容量瓶中;用水稀释到刻度,摇匀备用。

或称取高纯金属锆0.1000 g于盛有微氨性水溶液的烧杯中,滴加6%过氧化氢(HG 3-1082),在水浴上加热,使其慢慢溶解,然后用水洗入铂坩埚中并蒸干;加入5 g无水碳酸钠(GB/T 1255)于高温下