



中华人民共和国国家标准

GB/T 3058—2019
代替 GB/T 3058—2008

煤中砷的测定方法

Determination of arsenic in coal

(ISO 11723:2016, Solid mineral fuels—Determination of arsenic and selenium—
Eschka's mixture and hydride generation method, NEQ)

2019-06-04 发布

2020-01-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言	Ⅲ
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 砷钼蓝分光光度法	1
4 氢化物发生-原子吸收法	5
5 精密度	7
6 试验报告	8
附录 A (资料性附录) 砷测定装置回收率	9

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 GB/T 3058—2008《煤中砷的测定方法》，与 GB/T 3058—2008 相比，除编辑性修改外，主要技术变化如下：

- 方法提要中将“用盐酸溶解灼烧物”改为了“用硫酸和盐酸溶解灼烧物”（见 3.1，2008 年版的 3.1）；
- 修改了无砷锌粒的规定（见 3.2.1，2008 年版 3.2.1）；
- 砷测定装置图示中增加了乙酸铅棉的放置位置（见图 1，2008 年版的图 1）；
- 增加了砷钼蓝分光光度法砷测定装置回收率的计算方法（见附录 A）。

本标准使用重新起草法参考 ISO 11723:2016《固体矿物燃料 砷和硒的测定 艾士卡氢化物发生法》编制，与 ISO 11723:2016 的一致性程度为非等效。

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(SAC/TC 42)归口。

本标准起草单位：煤炭科学技术研究院有限公司检测分院。

本标准起草人：陈慧珠、富坤、杨光、杨华玉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- GB/T 3058—1982、GB/T 3058—1996、GB/T 3058—2008。

煤中砷的测定方法

1 范围

本标准规定了砷钼蓝分光光度法和氢化物发生-原子吸收法测定煤中砷的方法提要、试剂和材料、仪器设备、样品、试验步骤、结果计算和表述及方法的精密度。砷钼蓝分光光度法为仲裁方法。

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 483 煤炭分析试验方法一般规定

GB/T 2304 化学试剂 无砷锌粒

3 砷钼蓝分光光度法

3.1 方法提要

将煤样与艾士卡试剂混合灼烧,用盐酸和硫酸溶解灼烧物,加入还原剂,使五价砷还原成三价砷,加入锌粒,使砷形成氢化砷气体释出,用碘溶液吸收并氧化成砷酸,加入钼酸铵-硫酸肼溶液使之生成砷钼蓝,然后用分光光度计测定。

3.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

3.2.1 无砷金属锌:符合 GB/T 2304,筛取粒度不小于 3 mm 的锌粒使用。

3.2.2 艾士卡试剂(以下简称艾氏剂):市售,或以 2 份质量的轻质氧化镁与 1 份质量的无水碳酸钠混匀并研细至粒度小于 0.2 mm 后,保存在密闭容器中。

3.2.3 盐酸:相对密度 1.18。

3.2.4 盐酸溶液: $c(\text{HCl})=6 \text{ mol/L}$ 。1 体积盐酸与 1 体积水混合均匀。

3.2.5 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=6 \text{ mol/L}$ 。量取相对密度为 1.84 的硫酸 167 mL 缓慢加入适量水中,边加边搅拌,然后用水稀释至 1 L。

3.2.6 硫酸溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=5 \text{ mol/L}$ 。量取相对密度为 1.84 的硫酸 139 mL 缓慢加入适量水中,边加边搅拌,然后用水稀释至 1 L。

3.2.7 碘化钾溶液:176.5 g/L。3.0 g 碘化钾溶于 17 mL 水中,使用前现配。

3.2.8 氯化亚锡盐酸溶液:666.7 g/L。8.0 g 氯化亚锡溶于 12 mL 盐酸(3.2.3)中,使用前现配。