



# 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 发布  
中国国家标准化管理委员会

## 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。

3.2.9 碘溶液:1.5 g/L。将 9.0 g 碘化钾和 1.5 g 碘用少量水溶解后,稀释至 1 L。

3.2.10 钼酸铵溶液:10 g/L。将 10.0 g 钼酸铵溶于 1 L 硫酸溶液(3.2.6)中。

3.2.11 硫酸肼溶液:1.2 g/L。将 1.2 g 硫酸肼溶于 1 L 水中。

3.2.12 钼酸铵-硫酸肼混合溶液:将 1 体积钼酸铵溶液(3.2.10)和 1 体积硫酸肼溶液(3.2.11)混合均匀,使用前现配。

3.2.13 碳酸氢钠溶液:40 g/L。将 40.0 g 碳酸氢钠溶于 1 L 水中。

3.2.14 氢氧化钠溶液: $c(\text{NaOH})=6\text{ mol/L}$ 。称取 48.0 g 氢氧化钠用少量水溶解后,稀释至 200 mL。

3.2.15 砷标准储备液:100  $\mu\text{g/mL}$ 。准确称取已在 105  $^{\circ}\text{C}$ ~110  $^{\circ}\text{C}$  下干燥约 2 h 的优级纯三氧化二砷 0.132 0 g 溶于 2 mL 氢氧化钠溶液(3.2.14)中,加入约 50 mL 水,待完全溶解后,再加 2.5 mL 硫酸溶液(3.2.5),用水稀释至 1 000 mL。砷标准储备液亦可使用市售有证砷标准物质溶液。

3.2.16 砷标准工作溶液:10  $\mu\text{g/mL}$ 。准确吸取砷标准储备溶液(3.2.15)50 mL 于 500 mL 容量瓶中,用水稀释至刻度,摇匀,转入塑料瓶中备用。

3.2.17 乙酸铅棉:每次实验更换,将脱脂棉在质量浓度为 400 g/L 的乙酸铅溶液中充分浸泡,取出拧干,在 80  $^{\circ}\text{C}$ ~100  $^{\circ}\text{C}$  下烘干,存放在干燥器中备用。

3.2.18 瓷坩埚:容量为 30 mL。内表面瓷釉完好。

### 3.3 仪器设备

3.3.1 砷测定装置:砷测定装置应符合图 1 规定。对于新购置或长期未使用的砷测定装置,在投入使用前都应检查其尺寸是否合格,各磨口处是否紧密,参考附录 A 的方法测定装置的回收率,选择回收率不小于 90% 的装置作为日常使用仪器。

3.3.2 分光光度计:波长范围包含 700 nm 和 830 nm。

3.3.3 马弗炉:带温度控制装置,能在 2 h 内从室温加热到(800 $\pm$ 10) $^{\circ}\text{C}$ ,通风良好。

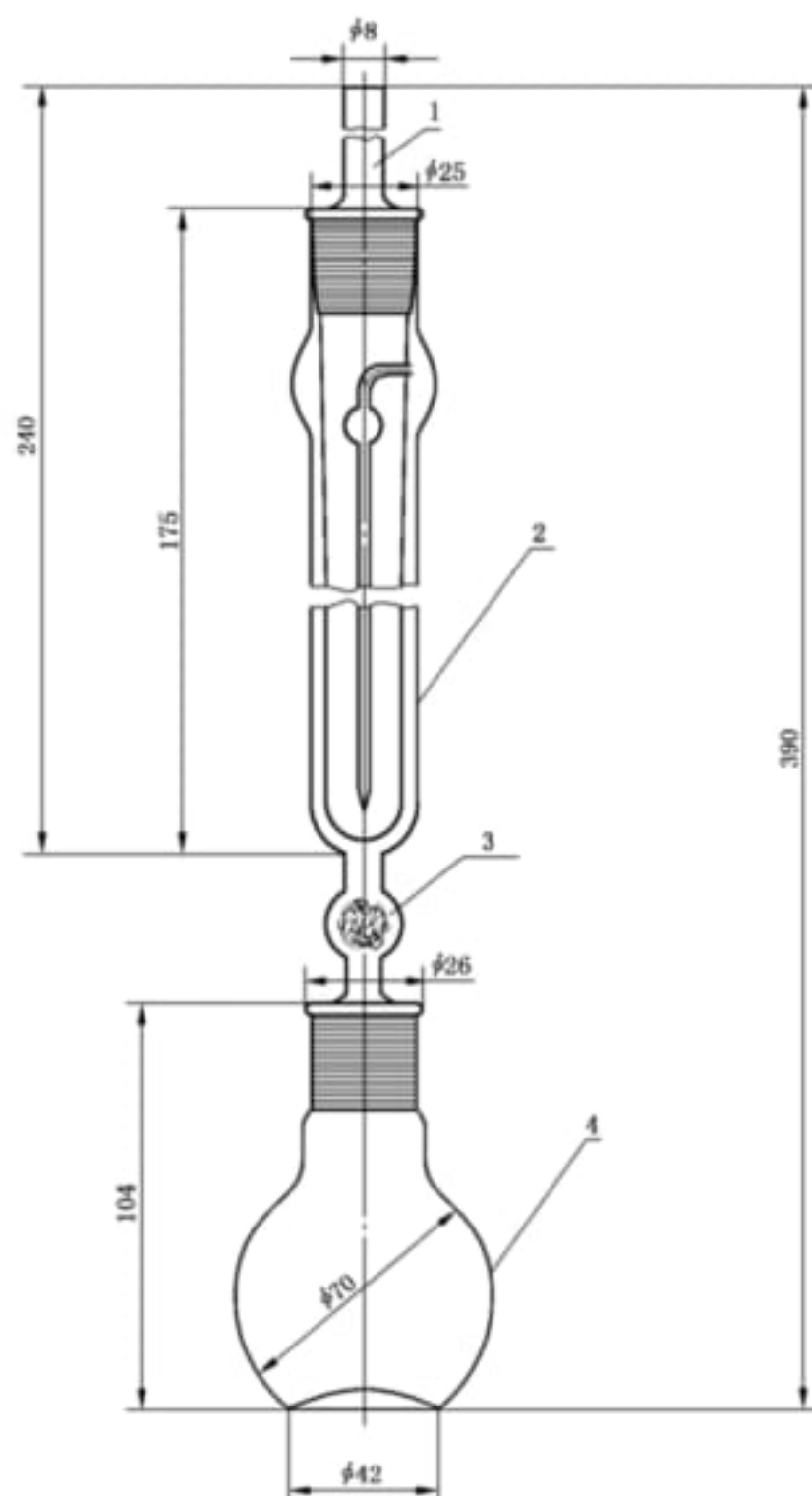
3.3.4 分析天平:分度值 0.1 mg。

3.3.5 天平:分度值 0.1 g。

3.3.6 天平:分度值 0.01 g。

3.3.7 单刻线移液管:容量 1 mL、2 mL、3 mL、5 mL。

单位为毫米



说明：

- 1——吸收器；
- 2——吸收器套管；
- 3——乙酸铅棉；
- 4——圆烧瓶。

图 1 砷测定装置

### 3.4 样品

粒度小于 0.2 mm 的一般分析试验煤样。

### 3.5 试验步骤

#### 3.5.1 工作曲线的绘制

3.5.1.1 分别用单刻度移液管吸取 0.00 mL、1.00 mL、2.00 mL、3.00 mL、4.00 mL、5.00 mL 的砷标准

工作溶液(3.2.16)于砷测定装置圆烧瓶中,先加入 10 mL 硫酸溶液(3.2.5),再加入 20 mL 盐酸溶液(3.2.4),用水稀释至 50 mL。

3.5.1.2 加入 2 mL 碘化钾溶液(3.2.7)、1 mL 氯化亚锡溶液(3.2.8),摇匀,在室温下放置 15 min。

3.5.1.3 用移液管往砷测定装置吸收器中加入 3 mL 碘溶液(3.2.9)、1 mL 碳酸氢钠溶液(3.2.13)、6 mL 水,将吸收器插入装有乙酸铅棉(3.2.17)的吸收器套管中。

3.5.1.4 往圆烧瓶中加入 5.0 g 无砷金属锌(3.2.1),立即将吸收器套管与烧瓶连接好,确认仪器各接口不漏气后,让发生过程持续 1 h。

3.5.1.5 取出吸收器,加入 5 mL 钼酸铵-硫酸肼混合溶液(3.2.12),并用洗耳球从吸收器侧孔往内打气约 10 次,使吸收液充分混合均匀。将吸收器放在沸腾的水浴中加热 20 min,取出,冷却至室温,此为工作曲线溶液。

3.5.1.6 在分光光度计上,用 10 mm 比色皿于 700 nm(或 830 nm)波长下以标准空白溶液为参比,测量工作曲线的吸光度。当煤中砷含量较低时,应在 830 nm 波长下测定吸光度。

3.5.1.7 以砷质量[微克( $\mu\text{g}$ )]为横坐标,相应的吸光度为纵坐标绘制工作曲线,并与煤样分析同时进行。

## 3.5.2 样品测定

3.5.2.1 在瓷坩埚内称取艾氏剂 2 g(称准至 0.01 g),然后称取粒度小于 0.2 mm 的一般分析试验煤样 0.99 g~1.01 g(称准至 0.000 2 g),用玻璃棒仔细搅拌均匀,再用 1 g(称准至 0.01 g)艾氏剂均匀覆盖在混匀的煤样上面(见不到黑色的煤炭颗粒)。当煤样中灰分大于 40%,或砷含量大于 50  $\mu\text{g/g}$  或全硫含量大于 8%时,称样量为 0.50 g。

3.5.2.2 将坩埚放入马弗炉中,在约 2 h 内从室温缓慢加热到  $(800 \pm 10)^\circ\text{C}$ ,并在此温度下保持 2 h~3 h,取出坩埚冷却至室温。

3.5.2.3 将灼烧物转移到砷测定装置圆烧瓶中,用 20 mL 硫酸溶液(3.2.5)分 2 次~3 次冲洗坩埚,将坩埚内洗液小心转移至圆烧瓶中,再用 30 mL 盐酸溶液(3.2.4)分数次冲洗坩埚,把坩埚内洗液小心全部转移至圆烧瓶中,摇动烧瓶使灼烧物充分溶解至不再冒气泡,然后按 3.5.1.2~3.5.1.5 的步骤进行操作。

3.5.2.4 每分析一批煤样应同时制备一个样品空白溶液,除不加煤样外,制备方法同 3.5.2.1。

3.5.2.5 按 3.5.1.6 规定的方法测定样品空白溶液和样品溶液的吸光度,从绘制的工作曲线(3.5.1.7)上查得相应砷的质量[微克( $\mu\text{g}$ )]。

## 3.6 结果计算和表述

### 3.6.1 结果计算

空气干燥煤样中砷的含量(质量分数)按式(1)计算:

$$w(\text{As}_{\text{ad}}) = \frac{m_1 - m_0}{m} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

$w(\text{As}_{\text{ad}})$ ——空气干燥基煤样中砷的含量,单位为微克每克( $\mu\text{g/g}$ );

$m_1$ ——从工作曲线上查得样品溶液中砷的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m_0$ ——从工作曲线上查得样品空白溶液中砷的质量,单位为微克( $\mu\text{g}$ );

$m$ ——一般分析试验煤样的质量,单位为克(g)。