

ICS 73.040
D 21



中华人民共和国国家标准

GB/T 19226—2003

煤中钒的测定方法

Determination of vanadium in coal

2003-07-01 发布

2003-11-01 实施

中华人民共和国
国家质量监督检验检疫总局 发布

前 言

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。
本标准主要起草人：傅 丛、邱 蔚。

煤 中 钒 的 测 定 方 法

1 范围

本标准规定了煤中钒测定的方法提要、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算和方法的精密密度。

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 方法提要

煤样灰化，然后用碱熔融、沸水浸取。浸取液中加掩蔽剂以消除干扰元素的影响。在磷酸介质中，五价钒与2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙胺基苯酚(Br-PADAP)和过氧化氢形成有色的三元络合物，然后进行光度测量，求得钒含量。

4 试剂和材料

4.1 过氧化钠：粒状。

4.2 氢氧化钠(GB 629)：粒状。

4.3 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH})=1 \text{ mol/L}$ 。

称取40 g氢氧化钠，溶于1 L水中。

4.4 硫酸溶液： $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=1 \text{ mol/L}$ 。

吸取27.8 mL浓硫酸(GB 625)慢慢加入一定量的水中并不停搅拌，冷却至室温后，稀释至1 L。

4.5 硫酸溶液：体积比为1+6。

将10 mL浓硫酸慢慢加入60 mL的水中并不停搅拌，冷却至室温后，装瓶备用。

4.6 混合掩蔽剂：

称取2.5 g 1,2-环己二胺四乙酸(CYDTA)，用少量氢氧化钠溶液(4.3)溶解，加5 g 氟化钠(GB 1264)、25 g 焦磷酸钠(GB 3107)，用水溶解并稀释至500 mL，储于塑料瓶中。

4.7 缓冲溶液： $\text{pH}=1.7$ 。

称取110 g 磷酸氢二钠(GB 1263)溶于水中，加100 mL 磷酸(GB 282)，用水稀释至1 L。

磷酸应进行如下预处理：取一定量的磷酸，加热至冒泡，滴加3.2 g/L的高锰酸钾(GB 643)溶液至溶液呈稳定微红色，装瓶备用。

4.8 Br-PADAP乙醇溶液：0.5 g/L。

称取0.25 g 2-(5-溴-2-吡啶偶氮)-5-二乙胺基苯酚(Br-PADAP)溶于500 mL无水乙醇(GB 678)中。

4.9 过氧化氢溶液：体积分数3%。

取3 mL过氧化氢(GB 6684)，加97 mL水，现配现用。

4.10 五氧化二钒标准溶液储备液：100 $\mu\text{g/mL}$ 。