



中华人民共和国国家标准

GB/T 16415—2008
代替 GB/T 16415—1996

煤中硒的测定方法 氢化物发生原子吸收法

Determination of selenium in coal—
Hydride generation-atomic absorption method

(ISO 11723:2004, Solid mineral fuels—
Determination of arsenic and selenium—
Eschka's mixture and hydride generation method, MOD)

2008-07-29 发布

2009-05-01 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

本标准修改采用 ISO 11723:2004(E)《固体矿物燃料——砷和硒的测定——艾氏卡混合氢化物发生法》(英文版)。

本标准根据 ISO 11723:2004 重新起草。在附录 A 中列出了本标准章条编号与 ISO 11723:2004 章条编号对照一览表。

考虑到我国国情,在采用 ISO 11723:2004 时,本标准删除了 ISO 11723:2004 中有关砷的内容,同时做了其他一些必要的修改。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 B 中给出了这些技术性差异及其原因一览表以供参考。

本标准代替 GB/T 16415—1996《煤中硒的测定方法 氢化物发生原子吸收法》。

本标准与 GB/T 16415—1996 相比,主要变化如下:

- 增加了“前言”;
- 修改了灼烧温度(见第 3 章、5.4、6.1.2、6.2.1);
- 增加了“试验报告”一章(见本版第 9 章);
- 修改了“工作标准溶液配制”中的错误(见 6.3.2)。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

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:张克芮、李家铸。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- GB/T 16415—1996。

煤中硒的测定方法

氢化物发生原子吸收法

1 范围

本标准规定了煤中硒测定的试剂和材料、仪器设备、分析步骤、结果计算、方法精密度及试验报告。
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(GB/T 483—2007, ISO 1213-2:1992, Solid mineral fuels—Vocabulary—Part 2: Terms relating to sampling, testing and analysis, NEQ)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—2008, ISO 3696:1987, Water for analytical use—Specification and test methods, MOD)

3 方法提要

将煤样与艾氏剂混合，于 800 °C 下灼烧，用盐酸溶解，加热使六价硒还原为四价硒，再用硼氢化钠将四价硒还原为氢化硒，以氮气为载气将其导入石英管原子化器，以原子吸收法测定。

4 试剂和材料

本标准中使用的水，应符合 GB/T 6682 中三级水的要求。

4.1 艾氏剂：2 份质量的轻质煅烧氧化镁和 1 份质量的无水碳酸钠，研细至粒度小于 0.2 mm，混合均匀，保存于密闭的容器中。

4.2 盐酸：相对密度 1.18。

4.3 硼氢化钠溶液：18 g/L，称取 1.8 g 硼氢化钠溶于 100 mL 5 g/L 的氢氧化钠溶液中，用时现配。

4.4 硒标准储备溶液：1 mg/mL，称取高纯硒 0.100 0 g 于 100 mL 烧杯中，加硝酸 5 mL，低温加热溶解后，继续加热驱尽氮氧化物，冷却，移入 100 mL 容量瓶中，用水稀释至刻度，摇匀。

硒标准储备溶液也可使用市售的有证标准物质。

4.5 硒标准中间溶液：10 μg/mL，吸取硒标准储备溶液(4.4)1 mL 于 100 mL 容量瓶中，用空白溶液(6.2.2)稀释至刻度，摇匀。

4.6 硒标准工作溶液：0.2 μg/mL，吸取硒标准中间溶液(4.5)1 mL 于 50 mL 容量瓶中，用空白溶液(6.2.2)稀释至刻度，摇匀。

4.7 氮气：纯度 99.9% 以上。

4.8 乙炔：高纯乙炔。

5 仪器设备

5.1 分析天平：感量 0.1 mg。

5.2 瓷坩埚：30 mL。内表面瓷釉完好。