

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1830—2006

20071130

石油焦炭中钙、铁、镍、钠含量测定 原子吸收光谱法(AAS)

Determination of calcium, iron, nickel, sodium in petroleum coke —
Atomic absorption spectrometry (AAS)

2006-11-10 发布

2007-05-16 实施



中 华 人 民 共 和 国 发 布
国家质量监督检验检疫总局

前 言

本标准的附录 A 为资料性附录。

本标准参照 ASTM D 5056:2004《原子吸收光谱法(AAS)测定石油焦炭中痕量金属含量》制定。

本标准由国家认证认可监督管理委员会提出并归口。

本标准起草单位:中华人民共和国新疆出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:王成、张旭龙、杨立、胡晓民。

本标准系首次发布的出入境检验检疫行业标准。

石油焦炭中钙、铁、镍、钠含量测定

原子吸收光谱法(AAS)

1 范围

本标准适用于未煅烧或已煅烧石油焦炭中钙、铁、镍、钠含量的测定。
 本标准规定了原子吸收光谱法测定未煅烧或已煅烧石油焦炭中钙、铁、镍、钠含量的方法。
 本标准测定范围和检出限见表 1。

表 1 元素测定范围和检出限 单位为毫克每千克

元 素	含量范围	检出限
钙	20~225	1.0
铁	150~500	1.5
镍	5~200	1.5
钠	15~115	0.2

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 6003 试验筛
- GB/T 6682 分析实验室用水的规格和试验方法
- SH/T 0313 石油焦检验法

3 方法提要

试样于 700℃灰化，灰分用四硼酸锂熔融，盐酸提取熔融物，制备的溶液用原子吸收光谱仪测定钙、铁、镍、钠含量。

4 试剂

除另有说明外，所用试剂均为优级纯，水为 GB/T 6682 规定的二级水。

- 4.1 盐酸(1+4)。
- 4.2 四硼酸锂。
- 4.3 氯化镧。
- 4.4 镧系添加溶液(100 g/L):175 g 氯化镧溶于 1 L 水中。
- 4.5 稀释液:称 20.0 g±0.1 g 四硼酸锂于 100 mL 铂金皿中，放入温度升至 1 000℃±10℃的马弗炉中 5 min 或直至透明熔融体形成，取出冷却。在盛有四硼酸锂熔融结晶体的铂金皿中放入搅拌磁子后，将铂金皿放入 2 L 聚四氟乙烯烧杯中。在铂金皿中加入 50 mL 盐酸溶液(4.1)。在可控温磁力搅拌器上搅拌、加热，直至熔融物完全溶解。溶解后用塑料棒将铂金皿取出。用水洗涤铂金皿和塑料棒，洗涤液加入溶液中。迅速将热溶液全部转入 2 L 容量瓶中。加入 1 000 mL 盐酸溶液(4.1)，摇匀冷却至室温。加入 400 mL 镧系添加溶液(4.4)摇匀，用水洗至刻度。

4.6 标准储备液(1 000 mg/L):用高纯金属、氧化物或盐制备标准储备液,也可使用有证标准溶液。

4.7 工作标准溶液:1.0 mg/L~50.0 mg/L。

5 仪器

5.1 马弗炉:温度可控制 $1\,000^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。

5.2 天平:精度 0.000 1 g。

5.3 可控温磁力搅拌器。

5.4 铂金皿:50 mL~100 mL。

5.5 铂金坩埚钳。

5.6 原子吸收光谱仪:具备背景校准功能,配备钙、铁、镍、钠元素空心阴极灯。

5.7 碳化钨研磨机。

5.8 试验筛:孔径 0.15 mm,规格符合 GB/T 6003 标准。

6 试样制备

使用碳化钨研磨机,按 SH/T 0313 制得通过 0.150 mm 筛的分析样品。在 $110^{\circ}\text{C} \sim 115^{\circ}\text{C}$ 下烘干试样,放入干燥器中冷却备用。

7 分析步骤

7.1 试样

准确称取 5 g(精确到 0.000 1 g)焦炭试样(6)。

7.2 空白试验

随同试样做空白试验。

7.3 测定

7.3.1 试样的处理

7.3.1.1 试样置于 50 mL~100 mL 铂金皿后,将铂金皿放入马弗炉中,从室温升温至 700°C ,炉门打开约 7 mm 使得燃烧气体和空气能够循环,直至烧尽所有的炭化物。将铂金皿取出冷却至室温。

7.3.1.2 称取 0.5 g($\pm 0.000\,5$ g)四硼酸锂粉末,均匀洒在已灰化好的试样表面,混匀,将铂金皿放入已升温至 $1\,000^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 的马弗炉中加热 2 min~3 min 或直至试样全部熔融清亮。理想的熔融状态是冷却后铂金皿中是清亮透明的玻璃体,若不透明说明试样未熔尽。

7.3.1.3 熔融物冷却 5 min~10 min,连同铂金皿一起放入聚四氟乙烯烧杯中,在铂金皿中放入长度约为 25 mm 的搅拌磁子,加入 25 mL 盐酸(4.1),将烧杯立即放在加热的搅拌器上,在温度约 80°C 搅拌保持 30 min,直到熔融物完全溶解。若不持续搅拌,在热酸性溶液中易析出硅酸,如果发生此现象,重新进行实验。

7.3.1.4 取出铂金皿,用水洗涤铂金皿及烧杯,定量转入 100 mL 容量瓶,加 10 mL 钨系添加溶液(4.4),混匀,用水洗至刻度。

7.3.2 仪器的工作条件

仪器的工作条件参见附录 A。

7.3.3 工作曲线的测定

根据不同元素的检测含量范围及检出限,依次取一定量元素标准储备液于 100 mL 容量瓶中,加入 50 mL 稀释液(4.5),用水洗至刻度,配制成不同元素的标准系列溶液。

7.3.4 试样测定

采用原子吸收光谱仪,工作曲线法测定试样中各元素的浓度,试样的试液浓度应在工作曲线的线性范围内,若超出其范围,可用稀释液(4.5)进行适当稀释。

8 结果计算

8.1 结果的表示

按式(1)计算各元素的质量分数。

$$w_i = \frac{(\rho_i - \rho_0) \times V}{m}$$

.....(1)

式中：

- w_i ——被测元素的质量分数,单位为毫克每千克(mg/kg)；
- ρ_i ——试料溶液中被测元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L)；
- ρ_0 ——空白溶液中被测元素的质量浓度,单位为毫克每升(mg/L)；
- V ——试料溶液体积,单位为毫升(mL)；
- m ——试料的质量,单位为克(g)。

- 8.2 计算和结果报告以干态试样计。
- 8.3 计算结果表示到小数点后两位。

9 精密度

精密度数据见表 2。

表 2 重复性和再现性

元 素	含量范围/(mg/kg)	重复性 r	再现性 R
钙	20~225	21	36
铁	150~500	$0.39 X^{3/4}$	$1.18 X^{3/4}$
镍	5~200	$1.27 X^{1/2}$	$1.69 X^{1/2}$
钠	15~115	$0.91 X$	$0.61 X$
注：X 为两次结果的平均值,单位为 mg/kg。			

附 录 A
(资料性附录)
仪器的工作条件参数

按表 A.1 选择原子吸收分光光度计仪器条件。

表 A.1 仪器的工作条件

元 素	火 焰	波长/nm	狭缝宽度/nm	灯电流/mA	燃烧器高度/mm
钙	C ₂ H ₂ -空气	422.7	1.3	7.5	12.5
铁	C ₂ H ₂ -空气	248.3	0.2	15	7.5
镍	C ₂ H ₂ -空气	232.0	0.2	15	10.5
钠	C ₂ H ₂ -空气	589.0	0.4	10	7.5

注：上述工作条件是典型的，可根据不同仪器特点，对给定工作条件作适当调整，以获得最佳效果。



SN/T 1830-2006

书号:155066·2-17483
定价： 6.00 元

中华人民共和国出入境检验检疫
行 业 标 准
石油焦炭中钙、铁、镍、钠含量测定
原子吸收光谱法(AAS)

SN/T 1830—2006

*

中国标准出版社出版
北京复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

网址 www.spc.net.cn

电话:68523946 68517548

中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.5 字数 8 千字

2007年3月第一版 2007年3月第一次印刷

印数 1—2 000

*

书号: 155066·2-17483 定价 6.00 元