

SN

中华人民共和国出入境检验检疫行业标准

SN/T 1083.2—2002
eqv ISO 622:1981

焦炭中磷含量的测定

Determination of phosphorous content in coke

2002-03-15 发布

2002-09-01 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

本标准利用对灰化后的试样进行磷钼酸还原比色法进行测定。

本标准等效采用 ISO 622:1981《固体矿物燃料 磷含量的测定 还原磷钼酸光度法》。

本标准在比色处理及结果的计算上主要参考了 ISO 622:1981,在试样处理及结果基态表述上主要参考了 GB/T 216—1996 标准。

本标准由中华人民共和国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:中华人民共和国天津出入境检验检疫局。

本标准主要起草人:郭芬、王晶、竺建伟。

本标准系首次发布。

美析仪

MACY

MACY INSTRUMENTS

业光度计系列生产厂

//www.macylab.com TEL:400-616

焦炭中磷含量的测定

SN/T 1083.2—2002
eqv ISO 622:1981

Determination of phosphorous content in coke

1 范围

本标准规定了焦炭中总磷测定方法的试剂、仪器设备、测定步骤、结果表达及精密度。
本标准适用于半焦及焦炭。

2 引用标准

下列标准所包含的条文,通过在本标准中引用而构成为本标准的条文。本标准出版时,所示版本均为有效。所有标准都会被修订,使用本标准的各方应探讨使用下列标准最新版本的可能性。

GB/T 1997—1989 焦炭试样的采取和制备

GB/T 2001—1991 焦炭工业分析测定方法

3 方法提要

试样经灰化后用氢氟酸-硫酸分解、脱除二氧化硅,然后加入钼酸铵和抗坏血酸,生成磷钼蓝,进行比色测定。

4 试剂

本标准除特殊规定外均使用分析纯试剂,所用的水均为蒸馏水或同等纯度的水。

4.1 氢氟酸(GB/T 620):质量分数为40%以上。

4.2 硫酸: $c(1/2H_2SO_4)=10\text{ mol/L}$,量取浓硫酸(GB/T 625) 278 mL缓慢加入水中,边加边搅拌,然后用水稀释至1 000 mL。

4.3 钼酸铵溶液:称取60 g钼酸铵(GB/T 657)溶于1 000 mL水中。

4.4 抗坏血酸溶液:称取抗坏血酸5 g,溶于100 mL水中,现用现配。

4.5 酒石酸锑钾溶液:称取酒石酸锑钾0.34 g溶于250 mL水中。

4.6 试剂溶液:将25 mL硫酸(4.2),10 mL钼酸铵溶液(4.3),10 mL抗坏血酸溶液(4.4)和5 mL酒石酸锑钾溶液(4.5),混匀,现用现配。

4.7 磷标准溶液(0.100 g/L):准确称取在110℃下烘干1 h的优级纯磷酸二氢钾(GB/T 1274) 0.439 2 g(精确到0.000 1 g)溶于水,溶液定量移入1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度并摇匀。

1 mL本标准溶液含磷0.100 mg。

4.8 磷工作标准溶液(1 μg/mL):

准确移取10 mL磷标准溶液(4.7)于1 000 mL容量瓶中,稀释至刻度并摇匀,现用现配。

1 mL本标准溶液含磷1 μg。

5 仪器设备

- 5.1 分析天平:感量 0.000 1 g。
 5.2 马弗炉:带有调温和通风装置,能保持 815℃±10℃。
 5.3 分光光度计或光电比色计。
 5.4 铂或聚四氟乙烯皿:容量为 30 mL~40 mL。
 5.5 电热板:能控温在 150℃~400℃。

6 试样制备

焦炭应是分析试样,符合 GB/T 1997—1989《焦炭试样的采取及制备》及 GB/T 2001—1991《焦炭工业分析测定方法》中对分析样品的要求。

7 步骤

- 7.1 按照 GB/T 2001 的要求,准确测定焦炭的灰分,并同时制备灰样。
 7.2 在铂金(或聚四氟乙烯)皿中称取约 0.1 g~0.05 g 灰样,(精确到 0.000 1 g),加入 2.0 mL 硫酸溶液(4.2)和约 5 mL 氢氟酸溶液(4.1)于电热板上加热蒸发(控温约 150℃)直到氢氟酸的白烟冒尽。冷却,再加入硫酸溶液(4.2)0.5 mL,加热继续蒸发,直到白烟冒尽(但不要完全干涸)。冷却,加入 20 mL 水并加热至近沸,所有的浸取物都进入溶液中,冷却,将溶液移至 100 mL 的容量瓶中,用水稀释至刻度。摇匀,备用。
 7.3 按 7.2 步骤制备空白溶液。
 7.4 吸取上清液(7.2)10 mL、空白溶液(7.3)10 mL 和标准溶液(4.8)10 mL 分别于 50 mL 容量瓶中,同时做试剂空白。

注:校正线性范围为 0~30 μg,所取溶液磷含量应在该范围内。

- 7.5 用移液管分别向每一个容量瓶中加 5 mL 试剂溶液(4.6),用水稀释至刻度,混合均匀,静置 20 min,然后移入 10 mm~30 mm 的比色皿内。在分光光度计(或比色计)上,于 710 nm 波长处以水为参比,测定其吸光度。

8 结果计算

磷的质量分数按(1)式计算:

$$P_{ad} = \frac{A_{ad}(E_1 - E_2)}{1\ 000 VM(E_3 - E_4)} \quad \dots\dots\dots(1)$$

- 式中: P_{ad} ——空气干燥试样中磷的质量分数,%;
 A_{ad} ——空气干燥试样中灰分的质量分数,%;
 M ——灰分的质量,g;
 V ——从 100 mL 试样溶液(7.2)中分取的体积,mL;
 E_1 ——试样溶液的吸光度值;
 E_2 ——试样空白溶液的吸光度值;
 E_3 ——磷标准溶液(4.7)的吸光度值;
 E_4 ——试剂空白溶液的吸光度值。

计算结果精确到小数点后三位,报告值为两次测定结果的平均值。

9 精密度

磷含量测定的精密度如表 1 规定。

表 1

%

磷的质量分数	重复性 γ	再现性 R
<0.02	0.002(绝对)	0.002(绝对)
≥ 0.02	15(相对)	20(相对)