



中华人民共和国国家标准

GB/T 214—2007
代替 GB/T 214—1996, GB/T 18856.8—2002

煤中全硫的测定方法

Determination of total sulfur in coal

(ISO 334:1992, Solid mineral fuels—Determination of total sulfur—
Eschka method, NEQ; ISO 351:1996, Solid mineral fuels—
Determination of total sulfur—
High temperature combustion method, NEQ)

2007-11-01 发布

2008-06-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局 发布
中国国家标准化管理委员会

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
煤 中 全 硫 的 测 定 方 法
GB/T 214—2007

*

中国标准出版社出版发行
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

各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 17 千字

2008年3月第一版 2008年3月第一次印刷

*

书号: 155066·1-30827

如有印装差错 由本社发行中心调换

版权专有 侵权必究

举报电话:(010)68533533

前 言

本标准对应于下列国际标准,一致性程度为非等效:ISO 334:1992《固体矿物燃料——全硫测定——艾士卡法》,ISO 351:1996《固体矿物燃料——全硫测定——高温燃烧法》。

本标准与国际标准相比主要差异如下:

——增加了库仑滴定法;

——对艾士卡法作了如下修改:

将灼烧物用浓盐酸处理改为用热水处理;

将加入沉淀剂后在沸水中保持 30 min 改为微沸下保温 2 h;

将精密度(重复性限 0.05%,再现性临界差 0.1%)改为按全硫含量分级表示(本版中 3.6);

——对高温燃烧中和法作了如下修改:

将添加物 Al_2O_3 改为 WO_3 ;

将燃烧温度 1 350℃ 改为 $(1\ 200 \pm 10)$ ℃;

将标准溶液 $\text{Na}_2\text{B}_4\text{O}_7$ 改为 NaOH;

将精密度(重复性限 0.05%,再现性临界差 0.1%)改为按全硫含量分级表示(本版中 5.6);

本标准代替 GB/T 214—1996《煤中全硫测定方法》和 GB/T 18856.8—2002《水煤浆质量试验方法第 8 部分:水煤浆全硫测定方法》。

本标准与 GB/T 214—1996 相比主要变化如下:

——适用范围中增加了焦炭;

——增加了“规范性引用文件”条款;

——对艾士卡法进行了如下修改和补充:

对高硫煤的称样量进行了修改和补充(1996 年版 2.4.1 中“注”,本版 3.4.1 中“注”);

修改了甲基橙指示剂浓度;

——对库仑滴定法进行了如下修改和补充:

修改了管式高温炉高温恒温带的温度范围和长度(1996 年版 3.3.1,本版 4.3.1);

修改了高温燃烧中和法结果计算公式中的错误(硫的摩尔质量值,1996 年版 4.5.1,本版 5.5.1);

修改了方法的精密度(1996 年版的 3.6,本版的 5.6);

增加了仪器标定和标定有效性核验(本版 4.4.2 和 4.4.4);

——对高温燃烧中和法进行了如下修改和补充:

修改了管式高温炉的高温恒温带长度(1996 年版 4.3.1,本版 5.3.1);

纠正了计算公式中的错误(硫的摩尔质量值,1996 年版 4.5.1,本版 5.5.1);

增加了碳酸钠纯度标准物质(本版 5.2.11)及硫酸标准溶液的配制和标定(本版 5.2.12)。

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:皮中原、贾延、段云龙。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

——GB 214—1964、GB 214—1983、GB/T 214—1996;

——GB/T 18856.8—2002。

煤中全硫的测定方法

1 范围

标准规定了测定煤中全硫的艾士卡法、库仑法、高温燃烧中和法的方法原理、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算及精密度等,在仲裁分析时,应采用艾士卡法。

本标准适用于褐煤、烟煤、无烟煤和焦炭,也适用于水煤浆干燥煤样。

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 212 煤的工业分析方法 (GB/T 212—2001, eqv ISO 11722:1999; eqv ISO 1171:1997; eqv ISO 562:1998)

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

3 艾士卡法

3.1 原理

将煤样与艾士卡试剂混合灼烧,煤中硫生成硫酸盐,然后使硫酸根离子生成硫酸钡沉淀,根据硫酸钡的质量计算煤中全硫的含量。

3.2 试剂和材料

3.2.1 艾士卡试剂(以下简称艾氏剂):以 2 份质量的化学纯轻质氧化镁(GB/T 9857)与 1 份质量的化学纯无水碳酸钠(GB/T 639)混匀并研细至粒度小于 0.2 mm 后,保存在密闭容器中。

3.2.2 盐酸溶液:(1+1),1 体积盐酸(GB/T 622)加 1 体积水混匀。

3.2.3 氯化钡溶液:100 g/L,10 g 氯化钡(GB/T 652)溶于 100 mL 水中。

3.2.4 甲基橙溶液:2 g/L,0.2 g 甲基橙溶于 100 mL 水中。

3.2.5 硝酸银溶液:10 g/L,1 g 硝酸银(GB/T 670)溶于 100 mL 水中,加入几滴硝酸(GB/T 626),贮于深色瓶中。

3.2.6 瓷坩埚:容量为 30 mL 和(10~20)mL 两种。

3.2.7 滤纸:中速定性滤纸和致密无灰定量滤纸(GB/T 1914)。

3.3 仪器设备

3.3.1 分析天平:感量 0.1 mg。

3.3.2 马弗炉:带温度控制装置,能升温到 900℃,温度可调并可通风。

3.4 试验步骤

3.4.1 在 30 mL 瓷坩埚内称取粒度小于 0.2 mm 的空气干燥煤样(1.00±0.01)g¹⁾(称准至 0.000 2 g)和艾氏剂(3.2.1)2 g(称准至 0.1 g),仔细混合均匀,再用 1 g(称准至 0.1 g)艾氏剂覆盖在煤样上面。

3.4.2 将装有煤样的坩埚移入通风良好的马弗炉中,在(1~2)h 内从室温逐渐加热到(800~850)℃,并在该温度下保持(1~2)h。

3.4.3 将坩埚从马弗炉中取出,冷却到室温。用玻璃棒将坩埚中的灼烧物仔细搅松、捣碎(如发现未

1) 全硫含量 5%~10%时称取 0.5 g 煤样,全硫含量大于 10%时称取 0.25 g 煤样。

烧尽的煤粒,应继续灼烧 30 min),然后把灼烧物转移到 400 mL 烧杯中。用热水冲洗坩埚内壁,将洗液收入烧杯,再加入(100~150)mL 刚煮沸的蒸馏水,充分搅拌。如果此时尚有黑色煤粒漂浮在液面上,则本次测定作废。

3.4.4 用中速定性滤纸以倾泻法过滤,用热水冲洗 3 次,然后将残渣转移到滤纸中,用热水仔细清洗至少 10 次,洗液总体积约为(250~300)mL。

3.4.5 向滤液中滴入(2~3)滴甲基橙指示剂,用盐酸溶液中和并过量 2 mL,使溶液呈微酸性。将溶液加热到沸腾,在不断搅拌下缓慢滴加氯化钡溶液 10 mL,并在微沸状况下保持约 2 h,溶液最终体积约为 200 mL。

3.4.6 溶液冷却或静置过夜后用致密无灰定量滤纸过滤,并用热水洗至无氯离子为止(硝酸银溶液检验无浑浊)。

3.4.7 将带有沉淀的滤纸转移到已知质量的瓷坩埚中,低温灰化滤纸后,在温度为(800~850)℃的马弗炉内灼烧(20~40)min,取出坩埚,在空气中稍加冷却后放入干燥器中冷却到室温后称量。

3.4.8 每配制一批艾氏剂或更换其他任何一种试剂时,应进行 2 个以上空白试验(除不加煤样外,全部操作按本标准 3.4 进行),硫酸钡沉淀的质量极差不得大于 0.001 0 g,取算术平均值作为空白值。

3.5 结果计算

测定结果按式(1)计算:

$$S_{t,ad} = \frac{(m_1 - m_2) \times 0.137 4}{m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中:

$S_{t,ad}$ ——一般分析煤样中全硫质量分数, %;

m_1 ——硫酸钡质量,单位为克(g);

m_2 ——空白试验的硫酸钡质量,单位为克(g);

0.137 4——由硫酸钡换算为硫的系数;

m ——煤样质量,单位为克(g)。

3.6 方法的精密度

艾士卡法全硫测定的重复性限和再现性临界差如表 1 规定。

表 1 艾士卡法测定煤中全硫精密度

全硫质量分数 S_t / %	重复性限 $S_{t,ad}$ / %	再现性临界差 $S_{t,d}$ / %
≤1.50	0.05	0.10
1.50(不含)~4.00	0.10	0.20
>4.00	0.20	0.30

4 库仑滴定法

4.1 原理

煤样在催化剂作用下,于气流中燃烧分解,煤中硫生成硫氧化物,其中二氧化硫被碘化钾溶液吸收,以电解碘化钾溶液所产生的碘进行滴定,根据电解所消耗的电量计算煤中全硫的含量。

4.2 试剂和材料

4.2.1 三氧化钨(HG 10-1129)。

4.2.2 变色硅胶(HG/T 2765.4):工业品。

4.2.3 氢氧化钠(GB/T 629):化学纯。

4.2.4 电解液

称取碘化钾(GB/T 1272)、溴化钾(GB/T 649)各 5.0 g,溶于(250~300)mL 水中并在溶液中加入冰乙酸(GB/T 676)10mL。

4.2.5 燃烧舟:素瓷或刚玉制品,装样部分长约 60 mm,耐温 1 200℃以上。

4.3 仪器设备

库仑测硫仪:主要由下列各部分构成。

4.3.1 管式高温炉

能加热到 1 200℃以上,并有至少 70 mm 长的(1 150±10)℃高温恒温带,带有铂铑-铂热电偶测温及控温装置,炉内装有耐温 1 300℃以上的异径燃烧管。

4.3.2 电解池和电磁搅拌器

电解池高(120~180)mm,容量不少于 400 mL,内有面积约 150 mm² 的铂电解电极对和面积约 15 mm² 的铂指示电极对。指示电极响应时间应小于 1 s,电磁搅拌器转速约 500 r/min 且连续可调。

4.3.3 库仑积分器

电解电流(0~350)mA 范围内积分线性误差应小于 0.1%,配有(4~6)位数字显示器或打印机。

4.3.4 送样程序控制器

可按规定的程序灵活前进、后退。

4.3.5 空气供应及净化装置

由电磁泵和净化管组成。供气量约 1 500 mL/min,抽气量约 1 000 mL/min,净化管内装氢氧化钠及变色硅胶。

4.4 试验步骤

4.4.1 试验准备

4.4.1.1 将管式高温炉升温至 1 150℃,用另一组铂铑-铂热电偶高温计测定燃烧管中高温带的位置、长度及 500℃的位置。

4.4.1.2 调节送样程序控制器,使煤样预分解及高温分解的位置分别处于 500℃和 1 150℃处。

4.4.1.3 在燃烧管出口处充填洗净、干燥的玻璃纤维棉;在距出口端约(80~100)mm 处充填厚度约 3 mm 的硅酸铝棉。

4.4.1.4 将程序控制器、管式高温炉、库仑积分器、电解池、电磁搅拌器和空气供应及净化装置组装在一起。燃烧管、活塞及电解池之间连接时应口对口紧接,并用硅橡胶管密封。

4.4.1.5 开动抽气和供气泵,将抽气流量调节到 1 000 mL/min,然后关闭电解池与燃烧管间的活塞,若抽气量能降到 300 mL/min 以下,则证明仪器各部件及各接口气密性良好,可以进行测定;否则检查仪器各个部件及其接口情况。

4.4.2 仪器标定

4.4.2.1 标定方法:使用有证煤标准物质、按以下方法之一进行测硫仪标定。

4.4.2.1.1 多点标定法:用硫含量能覆盖被测样品硫含量范围的至少 3 个有证煤标准物质进行标定;

4.4.2.1.2 单点标定法:用与被测样品硫含量相近的标准物质进行标定。

4.4.2.2 标定程序

4.4.2.2.1 按 GB/T 212 测定煤标准物质的空气干燥基水分,计算其空气干燥基全硫 $S_{t,ad}$ 标准值。

4.4.2.2.2 按 4.4.3 步骤,用被标定仪器测定煤标准物质的硫含量。每一标准物质至少重复测定 3 次,以 3 次测定值的平均值为煤标准物质的硫测定值。

4.4.2.2.3 将煤标准物质的硫测定值和空气干燥基标准值输入测硫仪(或仪器自动读取),生成校正系数。

注:有些仪器可能需要人工计算校正系数,然后再输入仪器。

4.4.2.3 标定有效性核验

另外选取(1~2)个煤标准物质或者其他控制样品,用被标定的测硫仪按照 4.4.3 步骤测定其全硫

含量。若测定值与标准值(控制值)之差在标准值(控制值)的不确定度范围(控制限)内,说明标定有效,否则应查明原因,重新标定。

4.4.3 测定步骤

4.4.3.1 将管式高温炉升温并控制在(1 150±10)℃。

4.4.3.2 开动供气泵和抽气泵并将抽气流量调节到 1 000 mL/min。在抽气下,将电解液加入电解池内,开动电磁搅拌器。

4.4.3.3 在瓷舟中放入少量非测定用的煤样,按 4.4.3.4 所述进行终点电位调整试验。如试验结束后库仑积分器的显示值为 0,应再次测定,直至显示值不为 0。

4.4.3.4 在瓷舟中称取粒度小于 0.2 mm 的空气干燥煤样(0.05±0.005)g(称准至 0.000 2 g),并在煤样上盖一薄层三氧化钨。将瓷舟放在送样的石英托盘上,开启送样程序控制器,煤样即自动送进炉内,库仑滴定随即开始。试验结束后,库仑积分器显示出硫的毫克数或质量分数,或由打印机打印。

4.4.4 标定检查

仪器测定期间应使用煤标准物质或者其他控制样品定期(建议每 10~15 次测定后)对测硫仪的稳定性和标定的有效性进行核查,如果煤标准物质或者其他控制样品的测定值超出标准值的不确定度范围(控制限),应按上述步骤重新标定仪器,并重新测定自上次检查以来的样品。

4.5 结果计算

当库仑积分器最终显示数为硫的毫克数时,全硫质量分数按式(2)计算:

$$S_{t,ad} = \frac{m_1}{m} \times 100 \dots\dots\dots(2)$$

式中:

$S_{t,ad}$ ——一般分析煤样中全硫质量分数,%;

m_1 ——库仑积分器显示值,单位为毫克(mg);

m ——煤样质量,单位为毫克(mg)。

4.6 方法的精密度

库仑滴定法全硫测定的重复性和再现性如表 2 规定。

表 2 库仑滴定法测定煤中全硫精密度

全硫质量分数 S_t /%	重复性限 $S_{t,ad}$ /%	再现性临界差 $S_{t,d}$ /%
≤1.50	0.05	0.15
1.50(不含)~4.00	0.10	0.25
>4.00	0.20	0.35

5 高温燃烧中和法

5.1 原理

煤样在催化剂作用下于氧气流中燃烧,煤中硫生成硫氧化物,被过氧化氢溶液吸收形成硫酸,用氢氧化钠溶液滴定,根据消耗的氢氧化钠标准溶液量,计算煤中全硫含量。

5.2 试剂和材料

5.2.1 氧气(GB/T 3863):99.5%。

5.2.2 碱石棉:化学纯,粒状。

5.2.3 三氧化钨(HG 10-1129)。

5.2.4 无水氯化钙(HG/T 2327):化学纯。

5.2.5 混合指示剂

将 0.125 g 甲基红(HG/T 3-958)溶于 100 mL 乙醇(GB/T 679)中;另将 0.083 g 亚甲基蓝(HGB 3364)溶于 100 mL 乙醇(GB/T 678)中,分别贮存于棕色瓶中,使用前按等体积混合。

5.2.6 邻苯二甲酸氢钾(GB 1257):优级纯。

5.2.7 酚酞溶液:1 g/L,0.1 g 酚酞(GB/T 10729)溶于 100 mL 60%的乙醇溶液中。

5.2.8 过氧化氢溶液:体积分数为 3%

取 30 mL 质量分数为 30%的过氧化氢(GB/T 6684)加入 970 mL 水,加 2 滴混合指示剂,用稀硫酸(GB 625)溶液或稀氢氧化钠(GB/T 629)溶液中和至溶液呈钢灰色。此溶液应当天使用当天中和。

5.2.9 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH})=0.03 \text{ mol/L}$ 。

5.2.9.1 氢氧化钠标准溶液的配制

称取优级纯氢氧化钠(GB/T 629)6.0 g,溶于 5 000 mL 经煮沸并冷却后的蒸馏水中,混合均匀,装入瓶内,用橡皮塞塞紧。

5.2.9.2 氢氧化钠标准溶液浓度的标定

称取预先在 120℃下干燥过 1 h 的邻苯二甲酸氢钾(0.2~0.3)g(称准至 0.000 2 g)于 250 mL 锥形瓶中,用 20 mL 左右水溶解;以酚酞作指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定至红色,按式(3)计算其浓度:

$$c = \frac{m}{0.2042V} \quad \dots\dots\dots(3)$$

式中:

c ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m ——邻苯二甲酸氢钾的质量,单位为克(g);

V ——氢氧化钠标准溶液的用量,单位为毫升(mL);

0.2042——邻苯二甲酸氢钾的摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

5.2.9.3 氢氧化钠标准溶液滴定度的标定:

称取 0.2 g 左右煤标准物质(称准至 0.000 2 g),置于燃烧舟中,盖上一薄层三氧化钨。按 5.4 进行试验并记下滴定时氢氧化钠溶液的用量,按式(4)计算其滴定度:

$$T = \frac{m \times S'_{t,ad}}{100V} \quad \dots\dots\dots(4)$$

式中:

T ——氢氧化钠标准溶液的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

m ——煤标准物质的质量,单位为克(g);

$S'_{t,ad}$ ——煤标准物质的空气干燥基全硫质量分数(见 4.4.2.2.1),%;

V ——氢氧化钠溶液的用量,单位为毫升(mL)。

5.2.10 羟基氰化汞溶液

称取 6.5 g 左右羟基氰化汞,溶于 500 mL 去离子水中,充分搅拌后,放置片刻,过滤。往滤液中加入(2~3)滴混合指示剂,用稀硫酸溶液中和,贮存于棕色瓶中。此溶液有效期为 7 d。

5.2.11 碳酸钠纯度标准物质:GBW 06101,使用方法见标准物质证书。

5.2.12 硫酸标准溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.03 \text{ mol/L}$ 。

5.2.12.1 硫酸标准溶液的配制

于 1 000 mL 容量瓶中,加入约 40 mL 蒸馏水,用移液管吸取 0.7 mL 硫酸(GB/T 625)缓缓加入容量瓶中,加水稀释至刻度,充分混匀。

5.2.12.2 硫酸标准溶液的标定

于锥形瓶中称取 0.05 g 碳酸钠纯度标准物质(称准至 0.000 2 g),加入(50~60)mL 蒸馏水使之溶解,然后加入(2~3)滴甲基橙,用硫酸标准溶液滴定到由黄色变为橙色。煮沸,赶出二氧化碳,冷却后,继续滴定到橙色。

硫酸浓度按式(5)计算:

$$c = \frac{m}{0.053V} \dots\dots\dots(5)$$

式中:

c——硫酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

m——碳酸钠纯度标准物质的质量,单位为克(g);

V——硫酸标准溶液的用量,单位为毫升(mL);

0.053——碳酸钠的摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

5.3 仪器设备

5.3.1 管式高温炉:能加热到 1 250℃,并有 80 mm 长的(1 200±10)℃高温恒温带,附有铂铑-铂热电偶测温 and 控温装置。

5.3.2 异径燃烧管:耐温 1 300℃以上,总长约 750 mm;一端外径约 22 mm,内径约 19 mm,长约 690 mm;另一端外径约 10 mm,内径约 7 mm,长约 60 mm。

5.3.3 氧气流量计:测量范围(0~600)mL/min。

5.3.4 吸收瓶:250 mL 或 300 mL 锥形瓶。

5.3.5 气体过滤器:用 G1~G3 型玻璃熔板制成。

5.3.6 干燥塔:容积 250 mL,下部(2/3)装碱石棉,上部(1/3)装无水氯化钙。

5.3.7 贮气桶:容量为(30~50)L。

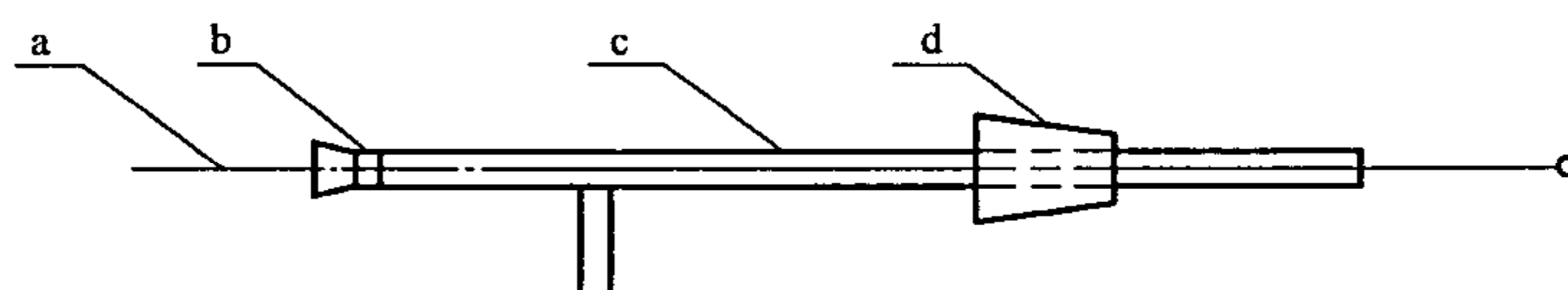
注:用氧气钢瓶正压供气时可不配备贮气桶。

5.3.8 酸滴定管:25 mL 和 10 mL 两种。

5.3.9 碱滴定管:25 mL 和 10 mL 两种。

5.3.10 镍铬丝钩:用直径约 2 mm 的镍铬丝制成,长约 700 mm,一端弯成小钩。

5.3.11 带橡皮塞的 T 形管(见图 1)。



a——镍铬丝推棒,直径约 2 mm,长约 700 mm,一端卷成直径约 10 mm 的圆环;

b——翻胶帽;

c——T 形玻璃管:外径为 7 mm,长约 60 mm,垂直支管长约 30 mm;

d——橡皮塞。

图 1 带橡皮塞的 T 形管

5.3.12 洗耳球。

5.3.13 燃烧舟:瓷或刚玉制品,耐温 1 300℃以上,长约 77 mm,上宽约 12 mm,高约 8 mm。

5.4 试验步骤

5.4.1 试验准备

5.4.1.1 把燃烧管插入高温炉,使细径管端伸出炉口 100 mm,并接上一段长约 30 mm 的硅橡胶管。

5.4.1.2 将高温炉加热并稳定在(1 200±10)℃,测定燃烧管内高温恒温带及 500℃温度带部位和长度。

5.4.1.3 将干燥塔,氧气流量计、高温炉的燃烧管和吸收瓶连接好,并检查装置的气密性。

5.4.2 测定手续

5.4.2.1 将高温炉加热并控制在(1 200±10)℃。

5.4.2.2 用量筒分别量取 100 mL 已中和的过氧化氢溶液,倒入 2 个吸收瓶中,塞上带有气体过滤器的瓶塞并连接到燃烧管的细径端,再次检查其气密性。

5.4.2.3 称取粒度小于 0.2 mm 的空气干燥煤样(0.20±0.01)g(称准至 0.000 2 g)于燃烧舟中,并盖上一薄层三氧化钨。

5.4.2.4 将盛有煤样的燃烧舟放在燃烧管入口端,随即用带橡皮塞的 T 形管塞紧,然后以 350 mL/min 的流量通入氧气。用镍铬丝推棒将燃烧舟推到 500℃ 温度区并保持 5 min,再将舟推到高温区,立即撤回推棒,使煤样在该区燃烧 10 min。

5.4.2.5 停止通入氧气,先取下靠近燃烧管的吸收瓶,再取下另一个吸收瓶。

5.4.2.6 取下带橡皮塞的 T 形管,用镍铬丝钩取出燃烧舟。

5.4.2.7 取下吸收瓶塞,用蒸馏水清洗气体过滤器(2~3)次。清洗时,用洗耳球加压,排出洗液。

5.4.2.8 分别向 2 个吸收瓶内加入(3~4)滴混合指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定至溶液由桃红色变为钢灰色,记下氢氧化钠溶液的用量。

5.4.3 空白测定

在燃烧舟内放一薄层三氧化钨(不加煤样),按上述步骤测定空白值。

5.5 结果计算

5.5.1 煤中全硫含量的计算

5.5.1.1 用氢氧化钠标准溶液的浓度计算,见式(6):

$$S_{t,ad} = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.016 \times f}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(6)$$

式中:

$S_{t,ad}$ ——一般分析煤样中全硫质量分数, %;

V ——煤样测定时,氢氧化钠标准溶液的用量,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白测定时,氢氧化钠标准溶液的用量,单位为毫升(mL);

c ——氢氧化钠标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

0.016——硫的摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

f ——校正系数,当 $S_{t,ad} < 1\%$ 时, $f = 0.95$; $S_{t,ad}$ 为 $1\% \sim 4\%$ 时, $f = 1.00$; $S_{t,ad} > 4\%$ 时, $f = 1.05$;

m ——煤样质量,单位为克(g)。

5.5.1.2 用氢氧化钠标准溶液的滴定度计算,见式(7):

$$S_{t,ad} = \frac{(V_1 - V_0) \times T}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(7)$$

式中:

$S_{t,ad}$ ——一般分析煤样中全硫质量分数, %;

V_1 ——煤样测定时,氢氧化钠标准溶液的用量,单位为毫升(mL);

V_0 ——空白测定时,氢氧化钠标准溶液的用量,单位为毫升(mL);

T ——氢氧化钠标准溶液的滴定度,单位为克每毫升(g/mL);

m ——煤样质量,单位为克(g)。

5.5.2 氯的校正

氯含量高于 0.02% 的煤或用氯化锌减灰的精煤应按以下方法进行氯的校正:

在氢氧化钠标准溶液滴定到终点的试液中加入 10 mL 羟基氰化汞溶液,用硫酸标准溶液滴定到溶液由绿色变钢灰色,记下硫酸标准溶液的用量,按式(8)计算全硫含量:

$$S_{t,ad} = S_{t,ad}^n - \frac{c \times V_2 \times 0.016}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots(8)$$

式中:

$S_{t,ad}$ ——一般分析煤样中全硫质量分数, %

$S_{t,ad}^n$ ——按式(6)或式(7)计算的全硫质量分数, %;

c ——硫酸标准溶液的浓度,单位为摩尔每升(mol/L);

V_2 ——硫酸标准溶液的用量,单位为毫升(mL);

0.016——硫的摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmoL);

m ——煤样质量,单位为克(g)。

5.6 方法的精密度

高温燃烧中和法全硫测定的重复性和再现性如表 2 规定。

6 试验报告

试验报告至少应包括以下信息:

- a) 试样标识;
- b) 依据标准;
- c) 使用的方法;
- d) 试验结果;
- e) 与标准的任何偏离;
- f) 试验中出现的异常现象;
- g) 试验日期。



GB/T 214-2007

版权专有 侵权必究

*

书号:155066·1-30827