



中华人民共和国国家标准

GB/T 214—2026

代替 GB/T 214—2007, GB/T 25214—2010

煤中全硫的测定方法

Determination of total sulfur in coal

2026-03-31 发布

2026-10-01 实施

国家市场监督管理总局
国家标准化管理委员会 发布

目 次

前言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 煤样 1

5 艾士卡法 1

 5.1 原理 1

 5.2 试剂和材料 1

 5.3 仪器设备 2

 5.4 测定 2

 5.5 空白试验 2

 5.6 结果计算与表述 2

 5.7 方法的精密度 3

6 库仑滴定法 3

 6.1 原理 3

 6.2 试剂和材料 3

 6.3 仪器设备 3

 6.4 标定 4

 6.5 测定 4

 6.6 结果计算与表述 4

 6.7 方法的精密度 5

7 红外光谱法 5

 7.1 原理 5

 7.2 试剂和材料 5

 7.3 仪器设备 5

 7.4 标定 6

 7.5 测定 6

 7.6 方法的精密度 7

8 高温燃烧中和法 7

 8.1 原理 7

 8.2 试剂和材料 7

 8.3 仪器设备 8

 8.4 试验准备 8

8.5 测定 8

8.6 空白试验 9

8.7 结果计算与表述 9

8.8 方法的精密度 9

9 试验报告 9

附录 A（资料性） 高温燃烧中和法中氯的校正 10

 A.1 试剂和材料 10

 A.2 氯的校正 10

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第 1 部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

本文件代替 GB/T 214—2007《煤中全硫测定方法》和 GB/T 25214—2010《煤中全硫测定 红外光谱法》。本文件与 GB/T 214—2007 和 GB/T 25214—2010 相比，除结构调整和编辑性改动外，主要技术变化如下：

- a) 增加了术语和定义(见第 3 章)；
- b) 增加了煤样(见第 4 章)；
- c) 增加了艾士卡法氯化钡试剂分子式(见 5.2.3, GB/T 214—2007 的 3.2.3)；
- d) 更改了艾士卡法煤样质量的要求(见 5.4.1, GB/T 214—2007 的脚注 1)；
- e) 增加了艾士卡法结果表述(见 5.6.2)；
- f) 更改了艾士卡法方法精密度分段范围(见 5.7, GB/T 214—2007 的 3.6)；
- g) 更改了库仑滴定法试剂和材料(见 6.2, GB/T 214—2007 的 4.2)；
- h) 删除了库仑滴定法单点标定方法(见 GB/T 214—2007 的 4.4.2.1.2)；
- i) 更改了库仑滴定法仪器标定中有证煤标准物质测定次数(见 6.4.2.2, GB/T 214—2007 的 4.4.2.2.2)；
- j) 增加了库仑滴定法结果表述(见 6.6.2)；
- k) 更改了库仑滴定法精密度分段范围(见 6.7, GB/T 214—2007 的 4.6)；
- l) 增加了红外光谱法(见第 7 章)；
- m) 删除了红外光谱法单点标定方法(见 GB/T 25214—2010 的 7.1.2)；
- n) 更改了高温燃烧中和法原理中适用范围(见 8.1 的注, GB/T 214—2007 的 5.5.2)；
- o) 更改了高温燃烧中和法氢氧化钠标准溶液的配制和标定方法(见 8.2.9, GB/T 214—2007 的 5.2.9)；
- p) 更改了高温燃烧法精密度分段范围(见 8.7, GB/T 214—2007 的 5.6)。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国煤炭工业协会提出。

本文件由全国煤炭标准化技术委员会(SAC/TC 42)归口。

本文件起草单位：煤炭科学技术研究院有限公司煤炭检测中心。

本文件主要起草人：皮中原、陈思涵、傅皓。

本文件及其所代替文件的历次版本发布情况为：

- 1964 年首次发布为 GB/T 214—1964, 1983 年第一次修订, 1996 年第二次修订；
- 2007 年第三次修订时, 并入了 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》的内容；
- 本次为第四次修订, 并入了 GB/T 25214—2010《煤中全硫测定 红外光谱法》的内容。

煤中全硫的测定方法

1 范围

本文件描述了测定煤中全硫的艾士卡法、库仑滴定法、红外光谱法和高温燃烧中和法的原理、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算与表述及精密度等。在仲裁分析时,采用艾士卡法。

本文件适用于褐煤、烟煤、无烟煤、焦炭和水煤浆干燥试样。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中,注日期的引用文件,仅该日期对应的版本适用于本文件;不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 212 煤的工业分析方法

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

3 术语和定义

GB/T 483 界定的术语和定义适用于本文件。

4 煤样

粒度小于 0.2 mm 并达到空气干燥状态的一般分析试验煤样。

5 艾士卡法

5.1 原理

将煤样与艾士卡试剂混合灼烧,煤中硫转化为硫酸盐,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。

5.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

5.2.1 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与 1 份质量的化学纯无水碳酸钠混匀并研细至粒度小于 0.2 mm 后,保存在密闭容器中。亦可使用市售艾氏剂。

5.2.2 盐酸溶液:(1+1)(V+V),1 体积盐酸加 1 体积水混匀。

5.2.3 氯化钡溶液:100 g/L,称取 10 g 氯化钡($\text{BaCl}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$)溶于水中,稀释至 100 mL。

5.2.4 硝酸银溶液:10 g/L,1 g 硝酸银溶于 100 mL 水中,加入 3~4 滴硝酸,贮于棕色瓶中。

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

5.2.6 瓷坩埚:容量分别为 30 mL 和 10 mL~20 mL。

5.2.7 滤纸:中速定性滤纸和致密无灰定量滤纸。

5.3 仪器设备

5.3.1 分析天平:分度值 0.1 mg。

5.3.2 马弗炉:带温度控制装置,能升温到 900 ℃,温度可调并可通风。

5.4 测定

5.4.1 在 30 mL 瓷坩埚内称取一般分析试验煤样(1.00±0.01)g(称准至 0.000 2 g)和艾氏剂 2.0 g(称准至 0.1 g),仔细混合均匀,再用 1.0 g(称准至 0.1 g)艾氏剂覆盖在混匀的煤样顶部。全硫含量为 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。

5.4.2 将盛有煤样的坩埚移入通风良好的马弗炉中,在 1 h~2 h 内从室温逐渐加热到 800 ℃~850 ℃,并在该温度下恒温 1 h~2 h。

5.4.3 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(如发现有未烧尽的颗粒,应继续灼烧 30 min),然后将灼烧物转移到 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 mL~150 mL 刚煮沸的水,充分搅拌。如果此时尚有黑色颗粒漂浮在液面上,则本次测定作废。

5.4.4 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,洗液总体积为 250 mL~300 mL。

5.4.5 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。

5.4.6 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)。

5.4.7 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 min~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重。

5.5 空白试验

每配制一批艾氏剂或更换其他任何一种试剂时,应进行 2 个及以上空白试验(不加煤样按 5.4 进行操作),空白试验中硫酸钡沉淀的质量极差应小于 0.001 0 g,取空白试验结果的算术平均值作为空白值。

5.6 结果计算与表述

5.6.1 结果计算

测定结果按公式(1)计算:

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

式中:

$S_{t,ad}$ ——一般分析试验煤样中全硫质量分数,以%表示;

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)。

5.6.2 结果表述

被测煤样的全硫含量(质量分数,%)以重复测定结果的平均值,按 GB/T 483 的规定修约到 0.01%。

5.7 方法的精密度

艾士卡法测定煤中全硫的精密度如表 1 规定。

表 1 艾士卡法测定煤中全硫精密度

%

全硫质量分数	重复性限 $S_{t,ad}$	再现性限 $S_{t,d}$
<1.50	0.05	0.10
1.50~4.00	0.10	0.20
>4.00	0.20	0.30

6 库仑滴定法

6.1 原理

煤样在催化剂作用下,于空气流中燃烧分解,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。

6.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

- 6.2.1 电解液:称取碘化钾、溴化钾各 5.0 g,溶于 250 mL~300 mL 水中,并加入 10 mL 冰乙酸。
- 6.2.2 三氧化钨。
- 6.2.3 氢氧化钠:化学纯。
- 6.2.4 变色硅胶。
- 6.2.5 有证煤标准物质。
- 6.2.6 燃烧舟:素瓷或刚玉制品,装样部分长约 60 mm,耐温 1 200 ℃ 以上。
- 6.2.7 石英托盘:能装载燃烧舟,在燃烧管中按程序进出和移动到规定位置。
- 6.2.8 玻璃棉。
- 6.2.9 硅酸铝棉。

6.3 仪器设备

6.3.1 库仑测硫仪

主要包括控制器、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。管式高温炉的异径燃烧管与活塞、电解池之间应口对口紧接,并用硅橡胶管密封。

- a) 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,燃烧管出口处充填洁净、干燥的玻璃棉;在距出口端 80 mm~100 mm 处,充填厚度约 3 mm 的硅酸铝棉。
- b) 电解池和电磁搅拌器:电解池高 120 mm~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。

- c) 库仑积分器:电解电流 0 mA~350 mA 范围内积分线性误差应小于 0.1%。
- d) 进样程序控制器:能按规定的程序前进、停留和后退,使煤样处于燃烧管中 500 °C 预分解及 1 150 °C 高温分解位置。
- e) 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。

6.3.2 分析天平

分度值 0.1 mg。

6.4 标定

6.4.1 标定方法

使用至少 3 个能覆盖被测煤样全硫含量范围的有证煤标准物质进行标定。

6.4.2 标定程序

6.4.2.1 按 GB/T 212 的规定测定有证煤标准物质的一般分析试验煤样水分,计算其空气干燥基全硫标准值。

6.4.2.2 按 6.5 使用被标定仪器测定有证煤标准物质的硫含量。每一有证煤标准物质至少需重复测定 4 次,以 4 次测定结果的极差不超过 $1.3r$ (r 为本文件规定的重复性限)的平均值作为有证煤标准物质的硫测定值,否则,应查找原因并予以纠正后重新进行测定。

6.4.2.3 将有证煤标准物质的硫测定值和标准值(6.4.2.1)输入库仑测硫仪(或仪器自动读取),生成校正系数或曲线。

注:有些库仑测硫仪可能需要人工计算校正系数,计算后将该系数输入。

6.4.3 标定的有效性检查

另外选取 1~2 个有证煤标准物质,用被标定的库仑测硫仪按照 6.5 步骤测定其全硫含量,若测定值在标准值的不确定度范围内,说明标定有效,否则应查明原因,重新标定。

6.5 测定

6.5.1 将管式高温炉升温并控制在 $(1\ 150 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

6.5.2 开动供气泵和抽气泵,并将抽气流量调节到 1 000 mL/min,检查系统气密性。在抽气条件下,将电解液加入电解池内,开启电磁搅拌器。

6.5.3 在瓷舟中放入少量非测定用的煤样,按 6.5.4 所述进行终点电位调整试验。如试验结束后库仑测硫仪的显示值为 0,应再次测定,直至显示值不为 0。

6.5.4 在瓷舟中称取一般分析试验煤样 $(0.05 \pm 0.005)\text{g}$ (称准至 0.000 2 g),并在煤样上盖一薄层三氧化钨。将瓷舟放在进样的石英托盘上,开启进样程序控制器,煤样即自动送进炉内,库仑滴定随即开始。试验结束后,库仑测硫仪显示出硫的毫克数或质量分数,或由打印机打印。

6.5.5 测定期间应使用有证煤标准物质或者其他控制样品定期(宜每进行 10 次~15 次测定后)进行核查,如果有证煤标准物质或者其他控制样品的测定值超出标准值(控制值)的不确定度范围(控制限),应重新标定仪器,并重新测定自上次核查后的样品。

6.6 结果计算与表述

6.6.1 结果计算

当库仑测硫仪最终显示数为硫的毫克数时,全硫含量按公式(2)计算:

$$S_{t,ad} = \frac{m_1}{m} \times 100$$

.....(2)

式中：

$S_{t,ad}$ ——一般分析试验煤样中全硫质量分数,以%表示；

m_1 ——库仑测硫仪显示值,单位为毫克(mg)；

m ——煤样质量,单位为毫克(mg)。

6.6.2 结果表述

被测煤样的全硫含量(质量分数,%)以重复测定结果的平均值,按 GB/T 483 的规定修约到 0.01%。

6.7 方法的精密度

库仑滴定法测定煤中全硫的精密度按表 2 的规定。

表 2 库仑滴定法测定煤中全硫精密度

%

全硫质量分数	重复性限 $S_{t,ad}$	再现性限 $S_{t,d}$
<1.50	0.05	0.15
1.50~4.00	0.10	0.25
>4.00	0.20	0.35

7 红外光谱法

7.1 原理

煤样在 1 300 ℃下于氧气中燃烧,煤中硫转化成二氧化硫和少量三氧化硫,燃烧气流中的颗粒和水蒸气分别被玻璃棉和高氯酸盐吸附滤除后,再通过特定波长的红外检测池,其中的二氧化硫由红外检测系统测定。仪器使用前需用标准物质标定,根据预先的标定计算煤样中全硫的含量。

7.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

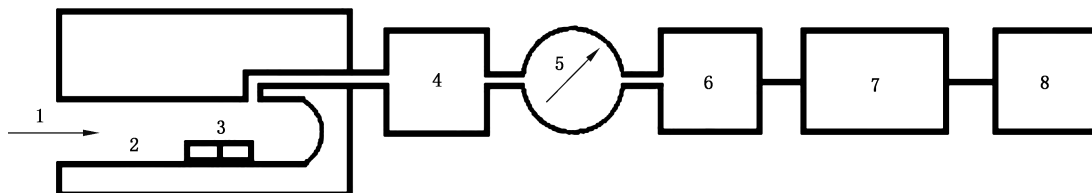
- 7.2.1 无水高氯酸镁[Mg(ClO₄)₂]:粒状或片状。
- 7.2.2 氧气:纯度≥99.5%。
- 7.2.3 燃烧舟:耐温 1 300 ℃以上。
- 7.2.4 有证煤标准物质。
- 7.2.5 玻璃棉。

7.3 仪器设备

7.3.1 红外测硫仪

主要包括管式高温炉、气体净化单元、控制处理单元、红外检测单元,组成示意图见图 1。

- a) 管式高温炉:燃烧区温度能保持在 $(1\,300\pm 10)^{\circ}\text{C}$,有与燃烧舟长度相适应的恒温区,其中燃烧管在工作温度下应气密,附有铂铑-铂热电偶测温及控温单元。
- b) 气体净化单元:由玻璃棉滤柱和高氯酸镁柱构成。
- c) 控制处理单元:主要功能包括分析条件选择设置、分析过程的监控和报警中断、分析数据的采集、计算、校正处理等。
- d) 红外检测单元:非色散红外检测单元。



标引序号说明:

- 1——氧气流;
- 2——管式高温炉燃烧管;
- 3——样品燃烧舟;
- 4——气体净化单元;
- 5——流量调节单元;
- 6——红外检测单元;
- 7——控制处理单元;
- 8——打印机。

图 1 红外测硫仪组成示意图

7.3.2 分析天平

分度值 0.1 mg。

7.4 标定

7.4.1 标定方法

同 6.4.1。

7.4.2 标定程序

同 6.4.2。

7.4.3 标定的有效性检查

同 6.4.3。

7.5 测定

7.5.1 按使用说明书开启和调试红外测硫仪至稳定状态。

7.5.2 在燃烧舟中称取 0.3 g 左右一般分析试验煤样(称准至 0.000 2 g),全硫含量 $>4\%$ 时,可适当减少称样量。

7.5.3 待燃烧管温度升至 $1\,300^{\circ}\text{C}$ 后,通入氧气,并调节氧气流量为 3.0 L/min,将装有一般分析试验煤样的燃烧舟推入燃烧管的恒温区,待燃烧完全后红外测硫仪显示和(或)打印出煤样中硫的质量分数,取出燃烧舟。被测煤样的全硫含量(质量分数,%)以重复测定结果的平均值,按 GB/T 483 修约到 0.01%

报出。

7.5.4 测定期间应使用有证煤标准物质或者其他控制样品定期(宜每进行 10 次~15 次测定后)进行检查,如果有证煤标准物质或者其他控制样品的测定值超出标准值(控制值)的不确定度范围(控制限),应重新标定仪器,并重新测定自上次核查后的煤样。

7.6 方法的精密度

红外光谱法测定煤中全硫的精密度按表 2 的规定。

8 高温燃烧中和法

8.1 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,用氢氧化钠标准溶液滴定,根据消耗的氢氧化钠标准溶液量,计算煤中全硫含量。

注:本方法适用于氯含量不大于 0.02% 的煤,当氯含量大于 0.02% 时,可按附录 A 进行校正。

8.2 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

8.2.1 氧气:纯度 $\geq 99.5\%$ 。

8.2.2 碱石棉:化学纯,粒状。

8.2.3 三氧化钨。

8.2.4 无水氯化钙:化学纯。

8.2.5 混合指示剂

将 0.125 g 甲基红溶于 100 mL 乙醇(95%)中;另将 0.083 g 亚甲基蓝溶于 100 mL 乙醇(95%)中,分别贮存于棕色瓶中,使用前按等体积混合。

8.2.6 有证邻苯二甲酸氢钾纯度标准物质。

8.2.7 酚酞溶液:1 g/L,称取 0.1 g 酚酞溶于乙醇(95%),用乙醇(95%)稀释至 100 mL。

8.2.8 过氧化氢溶液:体积分数为 3%。

取 30 mL 质量分数 $\geq 30\%$ 的过氧化氢加入 970 mL 蒸馏水,加 2 滴混合指示剂,用稀硫酸或稀氢氧化钠溶液中和至溶液呈钢灰色。此溶液应当天使用当天中和。

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

8.2.9.1 氢氧化钠标准溶液的配制。

称取优级纯氢氧化钠 6.0 g,溶于 5 000 mL 无二氧化碳的水中,混合均匀,装入瓶内,用橡皮塞塞紧。也可使用市售有证氢氧化钠溶液标准物质。

8.2.9.2 氢氧化钠标准溶液浓度的标定。

称取预先在 105 °C~110 °C 下干燥至恒重的邻苯二甲酸氢钾标准物质 0.2 g~0.3 g(称准至 0.000 2 g)于 250 mL 锥形瓶中,用 20 mL 左右无二氧化碳的水溶解,以酚酞作指示剂,用氢氧化钠标准溶液滴定至红色,按公式(3)计算其浓度:

$$c = \frac{m}{0.204\ 2V} \dots\dots\dots (3)$$

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);

0.204 2 ——邻苯二甲酸氢钾的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);

V ——氢氧化钠标准溶液的用量,单位为毫升(mL)。

8.3 仪器设备

8.3.1 管式高温炉:能加热到 $1\,250\,^{\circ}\text{C}$,并有 $80\,\text{mm}$ 长的 $(1\,200\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 高温恒温带,附有铂铑-铂热电偶测温 and 控温装置。预先测定并标记燃烧管内高温恒温带及 $500\,^{\circ}\text{C}$ 温度带位置和长度。

8.3.2 异径燃烧管:耐温 $1\,300\,^{\circ}\text{C}$ 以上,管总长约 $750\,\text{mm}$;一端外径约 $22\,\text{mm}$,内径约 $19\,\text{mm}$,长约 $690\,\text{mm}$;另一端外径约 $10\,\text{mm}$,内径约 $7\,\text{mm}$,长约 $60\,\text{mm}$ 。

8.3.3 氧气流量计: $0\,\text{mL}/\text{min}\sim 600\,\text{mL}/\text{min}$ 连续可调。

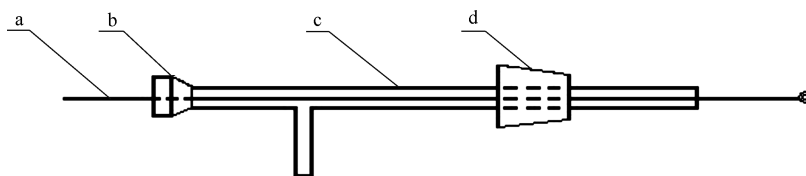
8.3.4 吸收瓶: $250\,\text{mL}$ 锥形瓶。

8.3.5 气体过滤器:用 G1~G3 型玻璃熔板制成。

8.3.6 干燥塔:容积 $250\,\text{mL}$,下部 $\frac{2}{3}$ 装碱石棉,上部 $\frac{1}{3}$ 装无水氯化钙。

8.3.7 镍铬丝钩:用直径约 $2\,\text{mm}$ 的镍铬丝制成,长约 $700\,\text{mm}$,一端弯成小钩。

8.3.8 带橡皮塞的 T 形管(见图 2)。



标引序号说明:

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

b —— 翻胶帽;

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

d —— 橡皮塞。

图 2 带橡皮塞的 T 形管

8.3.9 燃烧舟:瓷或刚玉制品,耐温 $1\,300\,^{\circ}\text{C}$ 以上,长约 $77\,\text{mm}$,上宽约 $12\,\text{mm}$,高约 $8\,\text{mm}$ 。

8.3.10 分析天平:分度值 $0.1\,\text{mg}$ 。

8.4 试验准备

8.4.1 将异径燃烧管插入高温炉,使细径管端伸出炉口约 $100\,\text{mm}$,并接上长约 $30\,\text{mm}$ 的硅橡胶管。

8.4.2 连接干燥塔,氧气流量计、高温炉的燃烧管和吸收瓶,检查装置的气密性。

8.5 测定

8.5.1 将高温炉加热并控制在 $(1\,200\pm 10)^{\circ}\text{C}$ 。

8.5.2 分别量取 $100\,\text{mL}$ 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,检查其气密性。

8.5.3 在燃烧舟中称取一般分析试验煤样 $(0.20\pm 0.01)\text{g}$ (称准至 $0.000\,2\,\text{g}$),并覆盖一薄层三氧化钨。

8.5.4 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 $350\,\text{mL}/\text{min}$ 的流量通入氧气。用镍铬丝推棒将燃烧舟推到 $500\,^{\circ}\text{C}$ 温度区并保持 $5\,\text{min}$,再将燃烧舟推到高温区,立即撤回推棒,使煤样在高温区燃烧 $10\,\text{min}$ 。

8.5.5 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。

8.5.6 取下带橡皮塞的 T 形管,用镍铬丝钩取出燃烧舟。

8.5.7 取下吸收瓶塞,用水清洗气体过滤器 2~3 次。

8.5.8 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,记下氢氧化钠标准溶液的用量。

8.6 空白试验

除不加煤样外,按 8.5 测定空白值。

8.7 结果计算与表述

8.7.1 结果计算

按公式(4)计算全硫:

$$S_{t,ad} = \frac{(V - V_0) \times c \times 0.016 \times f}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (4)$$

式中:

$S_{t,ad}$ ——一般分析试验煤样中全硫质量分数,以%表示;

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 ——硫的毫摩尔质量,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)。

8.7.2 结果表述

被测样品的全硫含量(质量分数,%)以重复测定结果的平均值,按 GB/T 483 修约到 0.01%。

8.8 方法的精密度

高温燃烧中和法测定煤中全硫的精密度同表 2。

9 试验报告

试验报告至少应包括以下信息:

- a) 样品编号;
- 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。

附 录 A

(资料性)

高温燃烧中和法中氯的校正

A.1 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为分析纯的试剂和蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

A.1.1 羟基氰化汞溶液:称取 6.5 g 左右羟基氰化汞,溶于 500 mL 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。

A.1.2 有证碳酸钠纯度标准物质。

A.1.3 硫酸标准溶液: $c(1/2\text{H}_2\text{SO}_4)=0.03\text{ mol/L}$ 。

- a) 硫酸标准溶液的配制:于 1 000 mL 容量瓶中,加入约 40 mL 水,用移液管吸取 0.7 mL 硫酸缓缓加入容量瓶中,加水稀释,充分混匀冷却后,定容至刻度。
- b) 硫酸标准溶液的标定:称取 0.05 g 碳酸钠纯度标准物质,称准至 0.000 2 g,加入 50 mL~60 mL 无二氧化碳的水使之溶解,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、冷却后,继续滴定到橙色。
- c) 硫酸标准溶液的浓度按式(A.1)计算:

$$c = \frac{m}{0.053V} \quad \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

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);
- 0.053 ——碳酸钠的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol);
- V ——硫酸标准溶液的用量,单位为毫升(mL)。

A.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(A.2)计算全硫含量:

$$S_{\text{t,ad}} = S_{\text{t,ad}}^n - \frac{c \times V_2 \times 0.016}{m} \times 100 \quad \dots\dots\dots (\text{A.2})$$

式中:

- $S_{\text{t,ad}}$ ——一般分析试验煤样中全硫质量分数,以%表示;
- $S_{\text{t,ad}}^n$ ——按式(4)计算的全硫质量分数,以%表示;
- 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 ——硫的毫摩尔质量,单位为克每毫摩尔(g/mmol)。

