



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
中国国家标准化管理委员会 发布

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
北京西城区复兴门外三里河北街16号
邮政编码:100045

<http://www.spc.net.cn>

<http://www.gb168.cn>

电话:(010)51299090、68522006

2008年3月第一版

*

书号:155066·1-30827

版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68522006

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；

将精密度的重复性限 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；

将精密度的重复性限 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。