



中华人民共和国国家标准

GB/T 25214—2010

煤中全硫测定 红外光谱法

Determination of total sulfur in coal by IR spectrometry

(ISO 19579:2006, Solid mineral fuels—
Determination of sulfur by IR spectrometry, MOD)

2010-09-26 发布

2011-02-01 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

前 言

本标准修改采用 ISO 19579:2006《固体矿物燃料 红外光谱法测定硫含量》。

本标准根据 ISO 19579:2006 重新起草。在附录 A 中列出了本标准章条编号与 ISO 19579:2006 章条编号的对照一览表。

考虑到我国国情,在采用 ISO 19579:2006 时,本标准做了一些修改。有关技术性差异已编入正文中并在它们所涉及的条款的页边空白处用垂直单线标识。在附录 B 中给出了这些技术性差异及其原因的一览表以供参考。

本标准与 ISO 19579:2006 的主要技术性差异如下:

- 样品燃烧温度用 1 300 ℃ 代替 1 350 ℃;
- 增加仪器装置示意图和组成系统说明;
- 称样量用 0.3 g 左右代替 (0.2~0.5)g;
- 将步骤中的标定内容和校准核查合并形成单独的条款,并增加了详细的标定步骤要求;
- 方法的精密度按中国国内的协同试验确定,并根据全硫含量范围分段给出。

为便于使用,本标准还做了下列编辑性修改:

- “本国际标准”改为“本标准”;
- 用小数点“.”代替作为小数点的逗号“,”;
- 删除 ISO 19579:2006 的前言和引言。

本标准的附录 A 和附录 B 为资料性附录。

煤中全硫测定 红外光谱法

1 范围

本标准规定了高温燃烧红外光谱法测定煤中全硫的方法提要、试剂和材料、仪器设备、测定、标定和方法精密度等。

本标准适用于褐煤、烟煤、无烟煤和焦炭。

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—2008,ISO 11722:1999, Solid mineral fuels—Hard coal—Determination of moisture in the general analysis test sample by drying in nitrogen; ISO 1171:1997, Solid mineral fuels—Determination of ash; ISO 562:1998, Hard coal and coke—Determination of volatile matter, NEQ)

GB/T 483 煤质分析试验方法一般规定(GB/T 483—2007,ISO 1213:1992, Solid mineral fuels—Vocabulary—Part 2: Terms relating to sampling, testing and analysis, NEQ)

3 方法提要

煤样在 1 300 ℃ 高温下,于氧气流中燃烧分解。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通过红外检测池,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,煤样中全硫的含量根据预先的标定由微型计算机计算。

4 试剂和材料

- 4.1 无水高氯酸镁 $[\text{Mg}(\text{ClO}_4)_2]$:粒状或片状。
- 4.2 氧气:纯度不小于 99.5%。
- 4.3 玻璃棉。
- 4.4 燃烧舟:耐温 1 300 ℃ 以上。
- 4.5 煤标准物质:带有全硫含量的有证煤标准物质。

5 仪器设备

5.1 红外光谱仪:组成如图 1 所示,主要部件如下:

- 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装置;
- b) 气体净化系统:由玻璃棉滤柱和高氯酸镁柱构成;
- c) 微机控制处理系统:主要功能有: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) 红外检测系统:非色散红外检测系统。

5.2 分析天平:感量 0.1 mg。

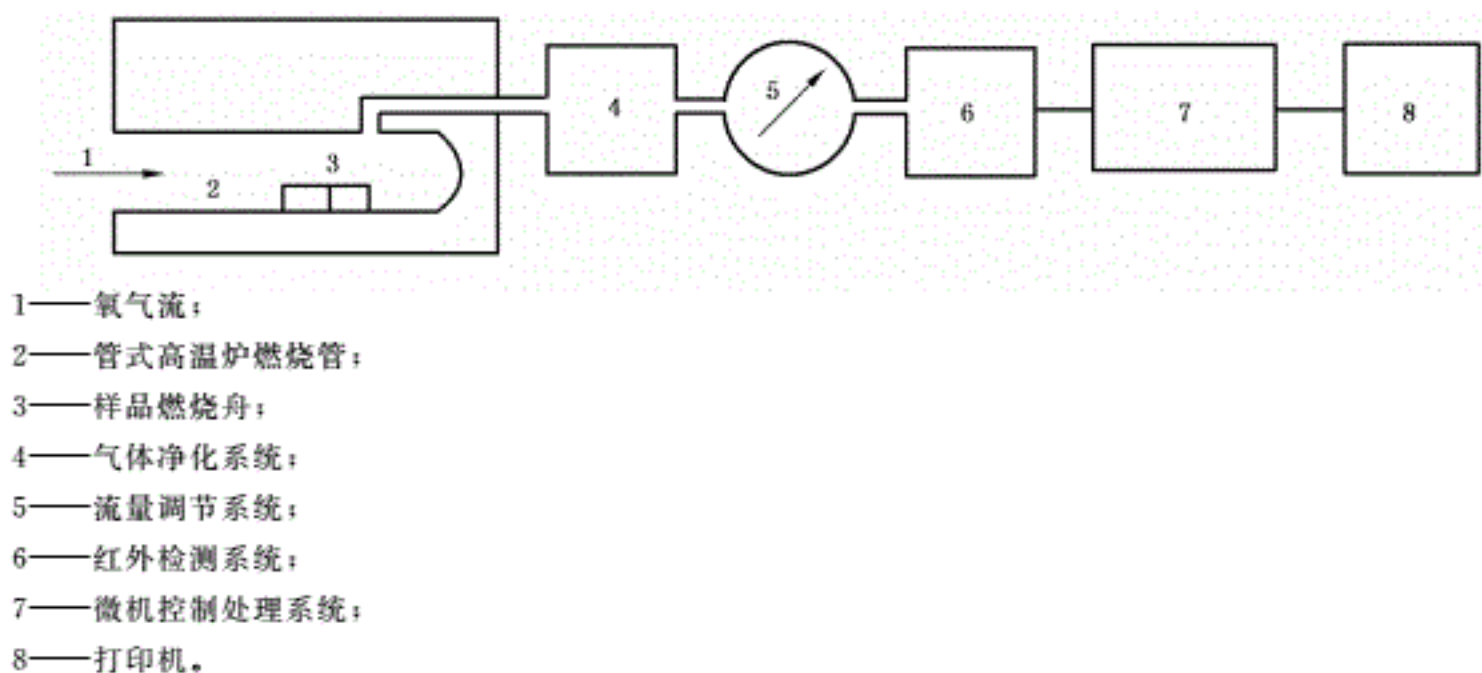


图 1 仪器组成示意图

6 测定

按照仪器使用说明书开启和调试仪器,在燃烧舟中称取 0.3 g 左右,粒度小于 0.2 mm 的一般分析煤样(称准至 0.000 2 g),待燃烧管温度升至 1 300 ℃后,通入氧气,并调节氧气流量为 3.0 L/min,将装有一般分析煤样的燃烧舟推入燃烧管的恒温区,待燃烧完全后仪器显示和(或)打印出样品中的硫毫克数或质量分数,取出燃烧舟。正式测定前至少测定 2 次煤样测定使仪器处于稳定状态。

注:全硫含量大于 4%时,适当减少称样量。

7 标定

7.1 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。

7.1.1 多点标定法:选用多个不同含量的有证煤标准物质进行标定,这些标准物质的硫含量应能覆盖被测样品的硫含量范围。

7.1.2 单点标定法:选用与被测样品硫含量相近的标准物质进行标定。

7.2 标定程序

7.2.1 按 GB/T 212 测定有证煤标准物质的空气干燥基水分,换算硫标准值为空气干燥基全硫 $S_{t,ad}$ 。

7.2.2 按测定步骤,使用被标定仪器测定有证煤标准物质的全硫含量。每一标准物质重复测定 4 次,以 4 次测定值的平均值为有证煤标准物质的全硫测定值。

7.2.3 将有证煤标准物质的全硫测定值和标准值(换算的空气干燥基值)输入测硫仪(或仪器自动读取),生成工作曲线或校正系数。

注:有些仪器可能需要人工计算该校正系数,计算后将该系数输入到测硫仪。

7.3 标定有效性核验

另外选取(1~2)个有证煤标准物质或者其他控制样品,用已完成标定的测硫仪测定其全硫含量,若测定值与标准值(或控制值)之差在标准值(或控制值)和测定值的合成不确定度范围内,说明标定有效,否则应查明原因,重新标定。

7.4 标定检查

标定检查是在样品测定期间使用已知全硫含量的煤样或者有证煤标准物质进行测定,当测定值不在已知煤样测定值的重复性限内或标准值的不确定度范围内时,应查找原因,解决问题,必要时按 7.2 步骤重新标定仪器,并且对检查前完成的试验结果重新测定。标定检查推荐在每批样品试验的开始和

结束时进行,样品量大时在试验中间插入(1~2)次。

8 结果表述

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

9 方法的精密度

全硫测定的重复性限和再现性临界差如表 1 规定。

表 1 红外光谱法测定煤中全硫精密度

全硫含量范围 $S_t/\%$	重复性限 $S_{r,ad}/\%$	再现性临界差 $S_{R,d}/\%$
<1.50	0.05	0.15
$1.50\sim4.00$	0.10	0.25
>4.00	0.20	0.35

10 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
(资料性附录)

本标准章条编号与 ISO 19579:2006 章条编号对照

本标准章条编号与 ISO 19579:2006 章条编号对照见表 A.1。

表 A.1 本标准章条编号与 ISO 19579:2006 章条编号对照

本标准章条编号	对应国际标准章条编号
—	引言
1	1
2	2
3	3
4	5
4.1	5.1
4.2	5.2
4.3	5.3
4.4	4.1c)
4.5	5.4
5	4
5.1	—
5.1a)	4.1a) 4.1b)
5.1b)	4.1d)
5.1c)	—
5.1d)	4.1e)
5.2	4.2
6	7
7	7
7.1	7
7.1.1	7
7.1.2	7
7.2	—
7.2.1	—
7.2.2	—
7.2.3	—
7.3	7
7.4	8
8	9
9	10
10	11

附 录 B
(资料性附录)

本标准与 ISO 19579:2006 的技术性差异及其原因

本标准与 ISO 19579:2006 的技术性差异及其原因见表 B.1。

表 B.1 本标准与 ISO 19579:2006 技术性差异及其原因

本标准章条编号	技术性差异	原 因
—	删除国际标准中引言	引言无实际意义
2	引用了中国标准 GB/T 212 和 GB/T 483,而非国际标准	适合中国国情,与本标准相适应
3	燃烧温度修改为 1 300 ℃	根据试验 1 300 ℃能满足测定要求,并且增加燃烧管寿命
5.1	增加仪器组成示意图	使标准表述更清晰,利于说明
5.1a)	增加燃烧管气密性要求	提高仪器技术水平,保证测定精密度
5.1c)	增加微机控制处理系统组成说明	使标准表述更清晰
6	删除煤样制备内容	国内已有煤样制备标准,本标准无特殊要求
	调整标准结构,加入测定步骤内容	使表述更适合中文表达习惯
	称样量由(0.2~0.5)g 改为 0.3 g 左右	试验表明(0.4~0.5)g 称样量常导致结果不准确
7.2	增加标定具体步骤	强调标定的可靠性和可操作性
9	精密度按照全硫含量分段给出	根据协同试验结果确定