



中华人民共和国国家标准

GB/T 28732—2012

GB/T 28732—2012

固体生物质燃料全硫测定方法

Determination of total sulfur in solid biofuels

中华人民共和国
国家标准
固体生物质燃料全硫测定方法
GB/T 28732—2012

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100013)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

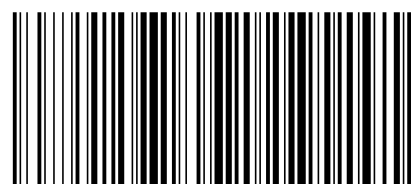
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 11 千字
2013年2月第一版 2013年2月第一次印刷

*

书号: 155066·1-46113 定价 16.00 元

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)68510107



GB/T 28732-2012

2012-11-05 发布

2013-06-01 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

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。
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(SAC/TC42)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、陈宝华。

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：

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

4.4.2.2 标定程序

标定按如下程序进行：

- 按 GB/T 212 测定煤标准物质的空气干燥基水分，计算空气干燥基全硫 $S_{t,ad}$ 标准值。
- 按 4.4.3 步骤，使用被标定仪器测定煤标准物质的硫含量。每一标准物质至少需重复测定 3 次，以 3 次测定值的平均值为煤标准物质的硫测定值。
- 将煤标准物质的硫测定值和标准值（相同基准）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该校正系数，计算后将该系数输入到测硫仪。

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 $1\ 150\ ^\circ\text{C} \pm 10\ ^\circ\text{C}$ 。

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

4.4.3.3 终点电位调整试验：在瓷舟中放入少量非测定用的试样，按 4.4.3.4 所述进行测定。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 在瓷舟中称取一般分析试样 $0.05\ \text{g} \pm 0.005\ \text{g}$ （称准至 $0.000\ 2\ \text{g}$ ），并在试样上严密覆盖一层三氧化钨。将瓷舟放在送样的石英托盘上，开启送样程序控制器，试样即自动送进炉内，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百分含量，或由打印机打印。

4.4.3.5 进样程序宜为：试样在 $200\ ^\circ\text{C}$ 区域停留 2 min，再进入 $300\ ^\circ\text{C}$ 区域停留 1 min，最后再送入 $1\ 150\ ^\circ\text{C}$ 高温区域。若使用与测定煤中全硫同一台库仑定硫仪，也可按 GB/T 214 规定的进样程序进行固体生物质样品测定，但此时可能存在微小系统误差。

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合格以来的样品。

4.4.5 结果计算

当库仑积分器最终显示数为硫的毫克数时，全硫含量按式(2)计算，以 2 次重复测定结果的平均值按 GB/T 21923 修约到小数点后 2 位。

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

固体生物质燃料全硫测定方法

1 范围

本标准规定了用艾士卡法和库仑滴定法测定固体生物质燃料中全硫的方法提要、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果计算及精密度。仲裁分析时，采用艾士卡法。

本标准适用于各种固体生物质燃料。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是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 214 煤中全硫的测定方法
- GB/T 21923 固体生物质燃料检验通则

3 艾士卡法

3.1 方法提要

将固体生物质燃料一般分析试样与艾士卡试剂混合灼烧，使试样中硫全部转化为可溶性硫酸盐，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固体生物质燃料中全硫的含量。

3.2 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或蒸馏水或去离子水或相当纯度的水。

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 $0.2\ \text{mm}$ 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 mL~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 $0.1\ \text{mg}$ 。

3.3.2 马弗炉：带温度控制装置，能升温到 $900\ ^\circ\text{C}$ ，温度可调并可通风。

3.4 试验步骤

3.4.1 在 30 mL 瓷坩埚内称取一般分析试样 $(1.00 \pm 0.01)\ \text{g}$ （称准至 $0.000\ 2\ \text{g}$ ）和艾氏剂（3.2.1）