



中华人民共和国国家标准

GB/T 33302—2016

燃煤可排放硫含量试验方法

The test method of the emission of sulfur during coal combustion

2016-12-13 发布

2017-07-01 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

订单号: 0100180907025986 防伪编号: 2018-0907-1040-1461-6015 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

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/TC 42)归口。

本标准起草单位:煤炭科学技术研究院有限公司煤化工分院、长沙开元仪器股份有限公司、贵州省煤田地质局实验室、国土资源实物地质资料中心。

本标准主要起草人:张凝凝、肖幸、赵霞、赵桂君、邵徇、曹磊明、钟方军、邓晃、张景。

北京中培质联 专用

订单号: 0100180907025986 防伪编号: 2018-0907-1040-1461-6015 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

燃煤可排放硫含量试验方法

1 范围

本标准规定了燃煤可排放硫含量试验方法的术语和定义、方法提要、试剂和材料、仪器设备、试验步骤、结果表述、方法精密度及试验报告等。

本标准适用于褐煤、烟煤和无烟煤。

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—2007 煤中全硫的测定方法

GB 474 煤样的制备方法

GB/T 483 煤炭分析试验方法一般规定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

燃煤可排放硫含量 **emission of sulfur during coal combustion**

煤在一定温度下燃烧后所释放气体中的硫的总量,以可排放硫占试样的质量分数来表示。

4 方法提要

试验样品在空气流中燃烧所生成的气体产物中的 SO_2 和 SO_3 被过氧化氢溶液吸收形成硫酸,用氢氧化钠标准溶液滴定生成的硫酸,根据氢氧化钠标准溶液参与反应的体积,计算样品经燃烧可排放硫的量。选择不同温度点进行多次试验,以可排放硫含量为纵坐标,以温度为横坐标绘制曲线,通过该曲线可以确定某一温度下燃煤可排放硫的含量。

5 试剂和材料

除非另有说明,在分析中仅使用确认为合格的分析纯试剂和去离子水。

5.1 无水乙醇:相对密度(20℃)0.79 g/mL。

5.2 混合指示剂,称取 0.125 g 甲基红试剂溶于 100 mL 乙醇中;另称取 0.083 g 亚甲基蓝试剂溶于 100 mL 乙

醇中,分别贮于深色瓶中,使用前等体积混合。混合指示剂使用时间不超过 7 d。

5.3 氢氧化钠标准溶液: $c(\text{NaOH})=0.06\text{ mol/L}$ 。称取优级纯氢氧化钠 12.00 g,溶于 5 000 mL 经煮沸并冷却后的蒸馏水中,混合均匀后的溶液装入瓶中,用橡皮塞塞紧。按 GB/T 214—2007 中 5.2.9.2 所规定的方法对配制的氢氧化钠标准溶液进行标定,计算其浓度。

5.4 过氧化氢溶液:体积分数为 10%。取 10 mL 质量分数为 30%的过氧化氢加入 90 mL 蒸馏水,加 2 滴混合指示剂,用已配制好的氢氧化钠标准溶液中和至溶液呈钢灰色。此溶液应当天使用当天中和。

6 仪器设备

6.1 管式高温炉:内径约 55 mm,可在 $700\text{ }^{\circ}\text{C}\sim 1\ 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 之间设定温度,并有 100 mm~150 mm 长的(设定温度 $\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$)恒温区,附有铂铑-铂热电偶测温 and 温控装置。

6.2 异径燃烧管:耐温 $1\ 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上,总长约 900 mm;一端外径约 50 mm,内径约 47 mm,长约 800 mm;另一端外径约 12 mm,内径约 9 mm,长约 50 mm;两端之间变径长约 50 mm。

6.3 空气流量计:测量范围 $0\text{ L/min}\sim 5\text{ L/min}$ 。

6.4 吸收瓶:进气管出口位于液面 50 mm 以下,出气管入口位于液面 50 mm 以上。

6.5 锥形瓶:500 mL。

6.6 缓冲瓶:200 mL~300 mL。

6.7 镍铬丝推棒:直径约 2 mm,长约 700 mm,末端呈钩状。

6.8 硅橡胶塞:10 号或 11 号。

6.9 玻璃管:内径约 6 mm,长 50 mm~80 mm。

6.10 碱式滴定管:50 mL。

6.11 燃烧舟:石英或陶瓷制品,耐热 $1\ 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 以上,长 80 mm~100 mm,上宽 20 mm~25 mm,高 10 mm~15 mm,横截面呈梯形或圆弧形。

6.12 空气泵:输出气量 $0\text{ L/min}\sim 10\text{ L/min}$ 。

7 实验步骤

7.1 试验准备

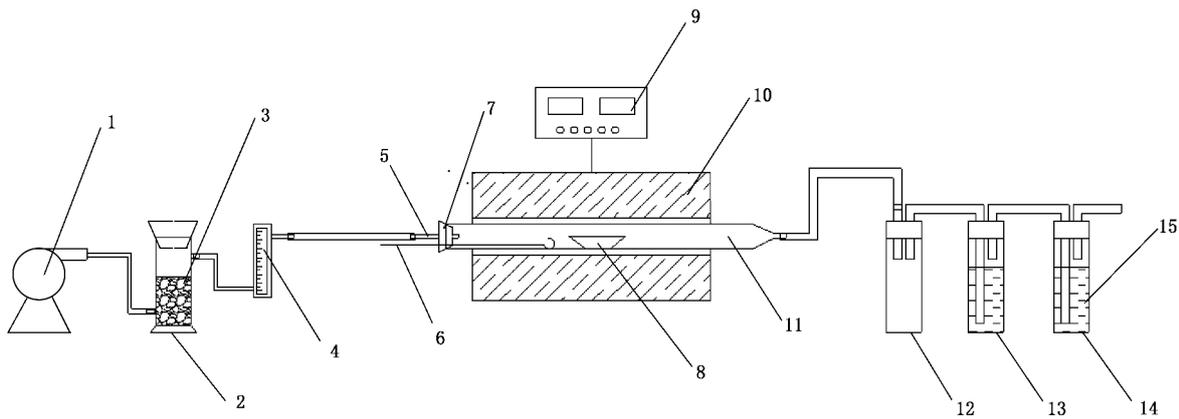
7.1.1 按 GB 474 中的要求将试验用煤制备小于 0.2 mm 的空气干燥试验样品,并按照 GB/T 212 的要求测定样品空气干燥基水分。

7.1.2 将异径燃烧管插入高温炉,使细径管端伸出炉口约 100 mm。

7.1.3 试验温度分别为 $800\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $900\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1\ 000\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1\ 100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、 $1\ 200\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。将高温炉稳定在试验温度,分别测定燃烧管内高温恒温区及 $500\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度区域部位和长度。必要时可增加试验温度点。

7.1.4 按图 1 所示用硅胶管连接各设备,将硅橡胶塞塞入异径燃烧管后打开空气泵,依次检查系统中各部分的气密性,直到每一部分不漏气以后,关闭空气泵并开始通电升温。

7.1.5 净化装置,净化管内装有氢氧化钠及变色硅胶。



说明：

- | | | |
|----------|-----------|-------------|
| 1——气泵； | 6——镍铬丝推棒； | 11——异径燃烧管； |
| 2——吸收瓶； | 7——硅橡胶塞； | 12——缓冲瓶； |
| 3——氢氧化钠； | 8——石英舟； | 13,14——吸收瓶； |
| 4——流量计； | 9——控制器； | 15——吸收溶液。 |
| 5——玻璃管； | 10——管式炉； | |

图 1 连接示意图试验步骤

7.2 测定步骤

7.2.1 将高温炉加热至测试温度 800 °C。

7.2.2 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，连接到缓冲瓶后，再次检查其气密性。

7.2.3 称量待测试样样品 1.0 g±0.01 g(称准至 0.000 2 g)平铺于燃烧舟中。

7.2.4 将装有试验样品的燃烧舟放在燃烧管入口端，随即用带玻璃管、镍铬丝推棒的硅橡胶塞塞紧，然后以 3 L/min 的流量通入空气。用镍铬丝推棒将燃烧舟推入燃烧管中 500 °C 预热区并保持 5 min，再将燃烧舟推至高温区，立即撤回推棒，使煤样在该区停留 25 min。

7.2.5 停止通入空气，先取下靠近燃烧管的吸收瓶，再取下另一个吸收瓶。

7.2.6 取下硅橡胶塞，用镍铬丝钩取出燃烧舟。

7.2.7 用蒸馏水清洗吸收瓶 2~3 次，清洗后洗液倒入锥形瓶中。

7.2.8 向锥形瓶内加入 2~3 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。

7.2.9 空白测定。用空白燃烧舟(不加煤样)，按照上述步骤测定空白值。

7.2.10 分别将管式燃烧炉升温至 7.1.3 规定的试验温度，按 7.2.2 至 7.2.8 步骤重复上述试验。

8 结果计算

8.1 试样可排放硫含量的计算

可排放硫含量按式(1)计算：

$$S_{e,ad} = \frac{0.5 V \times c \times 32.06}{1\ 000 \times m} \times 100 \dots\dots\dots(1)$$

式中：

- $S_{e,ad}$ —— 试样在一定温度下燃烧可排放硫的质量分数，%；
 V —— 试样测定时，氢氧化钠标准溶液的体积，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)；
 32.06 —— 硫的摩尔质量，单位为克每摩尔(g/mol)；
 m —— 试样质量，单位为克(g)。

8.2 结果表述

每个试样进行 2 次重复性测定，并按 GB/T 483 规定的的数据修约规则，将计算得到的燃煤可排放硫含量修约到小数点后 2 位，以干燥基结果报出。

8.3 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 GB/ 214—2007 中 5.2.2 所规定方法进行氯的校正。

9 方法精密度

燃煤可排放硫含量试验方法的重复性限和再现性临界差如表 1 规定。

表 1 可排放硫含量重复性限和再现性临界差(重复性限确定基准)考虑温度分段划分

可排放硫含量 $S_{e,ad}/\%$	重复性限 $S_{e,ad}/\%$	再现性临界差 $S_{e,d}/\%$
<1.00	0.10	0.20
1.00~3.00	0.15	0.30
>3.00	0.20	0.40

10 试验报告

以温度为横坐标，干燥基可排放硫含量为纵坐标的图上，绘制样品在不同温度下燃煤可排放硫含量的曲线。将测试结果和上述曲线一并报出。试验报告的内容和形式可参见附录 A。

试验报告应包含以下信息：

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

附 录 A
(资料性附录)

燃煤可排放硫含量测定报告示例

燃煤可排放硫含量测定报告示例见表 A.1。

表 A.1 燃煤可排放硫含量测定报告

检测基本信息																	
送样日期	××××—××—××																
报告日期	××××—××—××																
委托单位																	
检测单位																	
依据标准	GB/T 33302																
样品名称 或编号	燃煤可排放硫含量 $S_{c,d}/\%$																
	800 °C	900 °C	1 000 °C	1 100 °C	1 200 °C												
试样 1	1.47	1.52	1.59	1.69	1.75												
燃煤可排放硫含量曲线图： <div style="text-align: center;"> <p style="text-align: center;">燃煤可排放硫含量曲线图</p> <table border="1" style="margin: auto; border-collapse: collapse;"> <caption>燃煤可排放硫含量曲线图数据</caption> <thead> <tr> <th>温度/°C</th> <th>可排放硫含量 $S_{c,d}/\%$</th> </tr> </thead> <tbody> <tr> <td>800</td> <td>1.47</td> </tr> <tr> <td>900</td> <td>1.52</td> </tr> <tr> <td>1000</td> <td>1.59</td> </tr> <tr> <td>1100</td> <td>1.69</td> </tr> <tr> <td>1200</td> <td>1.75</td> </tr> </tbody> </table> </div>						温度/°C	可排放硫含量 $S_{c,d}/\%$	800	1.47	900	1.52	1000	1.59	1100	1.69	1200	1.75
温度/°C	可排放硫含量 $S_{c,d}/\%$																
800	1.47																
900	1.52																
1000	1.59																
1100	1.69																
1200	1.75																

试验：

审核：

批准：

订单号: 0100180907025986 防伪编号: 2018-0907-1040-1461-6015 购买单位: 北京中培质联

北京中培质联 专用

北京中培质联 专用

 **版权声明**

中国标准在线服务网(www.spc.org.cn)是中国质检出版社委托北京标科网络技术有限公司负责运营销售正版标准资源的网络服务平台,本网站所有标准资源均已获得国内外相关版权方的合法授权。未经授权,严禁任何单位、组织及个人对标准文本进行复制、发行、销售、传播和翻译出版等违法行为。版权所有,违者必究!

中国标准在线服务网
<http://www.spc.org.cn>

标准号: GB/T 33302-2016
购买者: 北京中培质联
订单号: 0100180907025986
防伪号: 2018-0907-1040-1461-6015
时 间: 2018-09-07
定 价: 21元



GB/T 33302-2016

中 华 人 民 共 和 国
国 家 标 准
燃煤可排放硫含量试验方法
GB/T 33302—2016

*

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(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)

网址: www.spc.org.cn

服务热线: 400-168-0010

2016年12月第一版

*

书号: 155066·1-54746

版权专有 侵权必究