

ICS 27.100

F 24

备案号: 15325-2005

**DL**

# 中华人民共和国电力行业标准

DL/T 927 — 2005

---

## 弹筒硫的测定方法

Determination of bomb sulphur

2005-02-14 发布

2005-06-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 方法 A	1
3.1 原理	1
3.2 试剂和仪器	1
3.3 分析步骤	2
3.4 结果计算	2
3.5 精密度	2
4 方法 B	2
4.1 原理	2
4.2 试剂和仪器	2
4.3 分析步骤	3
4.4 结果计算	3
4.5 精密度	3
附录 A (资料性附录) 高位发热量的计算	4

## 前 言

本标准是根据原国家经济贸易委员会“关于下达 2000 年度电力行业标准制、修订计划项目的通知”（电力 [2000] 70 号）的安排制定的。

弹筒硫的含量是煤的发热量测定中计算高位发热量的重要数据。为保证高位发热量计算的准确性，特制定本标准，以规范弹筒硫的测定方法。

本标准附录 A 为资料性附录。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口并解释。

本标准起草单位：四川电力试验研究院、西安热工研究院。

本标准主要起草人：张力、王锴、杜晓光、付莉、胡仕红、唐平。

## 弹筒硫的测定方法

### 1 范围

本标准规定了弹筒硫的测定方法，用于煤的高位发热量的计算（参见附录 A）。

本标准适用于褐煤、烟煤、无烟煤弹筒硫的测定。标准中方法 A 可用于精密测定，方法 B 用于一般日常测定，当两种方法结果差异较大时，以方法 A 的结果为准。

### 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 213—2003 煤的发热量测定方法

### 3 方法 A

#### 3.1 原理

按 GB/T 213—2003 标准中第 8.2.9 条中规定的方法收集弹筒洗液。用  $\text{Ba}(\text{OH})_2$  溶液滴定弹筒洗液中的总酸，然后加入过量  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  溶液沉淀  $\text{Ba}(\text{NO}_3)_2$ ，过滤后用  $\text{HCl}$  溶液反滴过剩的  $\text{Na}_2\text{CO}_3$  得到硝酸含量，扣除硝酸后得到弹筒硫含量。

#### 3.2 试剂和仪器

3.2.1 邻苯二甲酸氢钾 (GB1257)：优级纯。

3.2.2 酚酞指示剂：10g/L。

溶解 2.5g 酚酞于 250mL 95% 乙醇中。

3.2.3 氢氧化钡标准溶液： $c[\text{Ba}(\text{OH})_2] = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

称取分析纯八水合氢氧化钡 16g，溶解于 1000mL 经煮沸冷却后的水中，混合均匀，装入塑料瓶中。

标定方法：取预先在 120℃ 下干燥过 1h 的邻苯二甲酸氢钾 0.4g（称准至 0.0002g）于 250mL 锥形瓶中，用 20mL 左右水溶解，以酚酞作指示剂，用氢氧化钡标准溶液滴定至红色，按式 (1) 计算其浓度：

$$c = \frac{m}{2 \times 0.2042V} \quad (1)$$

式中：

$c$  —— 氢氧化钡标准溶液浓度，mol/L；

$V$  —— 滴定消耗的氢氧化钡标准溶液体积，mL；

$m$  —— 邻苯二甲酸氢钾的质量，g；

0.2042 —— 邻苯二甲酸氢钾的毫摩尔质量，g/mmol。

3.2.4 甲基橙—二甲苯青 FF 混合指示剂。溶解 0.25g 甲基橙和 0.15g 二甲苯青 FF 于 50mL 95% 乙醇中并用水稀释至 250mL。

3.2.5 碳酸钠标准溶液： $c(\text{Na}_2\text{CO}_3) = 0.05 \text{ mol/L}$ 。

称取 5.3495g（称准至 0.0002g）于 270℃ ~ 300℃ 灼烧至恒重的基准无水碳酸钠于 400mL 烧杯中，加水溶解，移入 1000mL 容量瓶中并用水稀释至刻度，摇匀，转入塑料瓶中。

3.2.6 盐酸标准溶液:  $c(\text{HCl})=0.1\text{mol/L}$ 。

量取盐酸 9mL, 注入 1000mL 水中, 摇匀。

标定方法: 移取碳酸钠标准溶液 20mL 于 250mL 锥形瓶中, 加入 4 滴混合指示剂, 用盐酸标准溶液滴定至溶液由绿色变为浅黄棕色, 记录消耗的盐酸标准溶液体积  $V$ , 按式 (2) 计算其浓度:

$$c = \frac{2 \times 0.05 \times 20}{V} \quad (2)$$

式中:

$c$ ——盐酸标准溶液浓度, mol/L;

$V$ ——滴定消耗的盐酸标准溶液体积, mL。

## 3.2.7 酸式滴定管: 25mL。

## 3.2.8 碱式滴定管: 25mL。

## 3.3 分析步骤

3.3.1 将弹筒溶液转移到 250mL 锥形瓶中, 并用蒸馏水冲洗弹筒内壁和坩埚外壁, 洗液一并转移到锥形瓶中, 并稀释至 100mL。煮沸洗液以挥发出二氧化碳。

3.3.2 加两滴酚酞指示剂, 用氢氧化钡标准溶液趁热滴定溶液至红色, 记录消耗的氢氧化钡标准溶液体积  $V_1$ 。

3.3.3 加入 20.0mL 碳酸钠标准溶液, 趁热过滤并用蒸馏水冲洗沉淀。

3.3.4 冷却后, 向滤液中加入四滴甲基橙—二甲苯青 FF 混合指示剂, 用盐酸标准溶液滴定滤液由绿色变为浅黄棕色, 并记录消耗的盐酸标准溶液体积  $V_2$ 。

## 3.4 结果计算

弹筒硫含量按式 (3) 计算:

$$S_{\text{b,ad}} = \frac{1.6(2c_1V_1 + c_2V_2 - 40.0c_3)}{m} \quad (3)$$

式中:

$S_{\text{b,ad}}$ ——弹筒硫测定值, %

$c_1$ ——氢氧化钡标准溶液浓度, mol/L;

$V_1$ ——滴定消耗的氢氧化钡标准溶液体积, mL;

$c_2$ ——盐酸标准溶液浓度, mol/L;

$V_2$ ——滴定消耗的盐酸标准溶液体积, mL;

$c_3$ ——碳酸钠标准溶液浓度, mol/L;

$m$ ——煤样质量, g;

1.6——将每摩尔硫酸 1/2 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 转换为硫的质量的转换因子。

## 3.5 精密度

两次测定的相对偏差不大于 0.2%。

## 4 方法 B

## 4.1 原理

按 GB/T 213—2003 煤的发热量测定方法标准中第 8.2.9 条中规定收集弹筒洗液。用 NaOH 溶液滴定弹筒洗液中的总酸, 根据经验公式估计硝酸含量, 扣除硝酸后得到弹筒硫含量。

## 4.2 试剂和仪器

4.2.1 NaOH 标准溶液:  $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$ 。

称取分析纯氢氧化钠 100g, 溶解于 100mL 水中, 摇匀, 装入塑料瓶密闭放置至溶液清亮。吸取 5mL

上层清液，注入 1000mL 经煮沸冷却后的水中，混合均匀，装入塑料瓶中。

标定方法：取预先在 120℃ 下干燥过 1h 的邻苯二甲酸氢钾 0.4g（称准至 0.0002g）于 250mL 锥形瓶中，用 20mL 左右水溶解，以酚酞作指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定至红色，按式（4）计算其浓度：

$$c = \frac{m}{0.2042V} \quad (4)$$

式中：

$c$  —— NaOH 标准溶液浓度，mol/L；

$V$  —— 滴定消耗的 NaOH 标准溶液体积，mL；

$m$  —— 邻苯二甲酸氢钾的质量，g；

0.2042 —— 邻苯二甲酸氢钾的毫摩尔质量，g/mmol。

#### 4.2.2 甲基红指示剂：1g/L。

溶解 0.1g 甲基红于 100mL 95% 乙醇中。

#### 4.2.3 碱式滴定管：25mL。

### 4.3 分析步骤

4.3.1 将弹筒溶液转移到 250mL 锥形瓶中，并用蒸馏水冲洗弹筒内壁和坩埚外壁，洗液一并转移到锥形瓶中，并稀释至大约 100mL。煮沸洗液以挥发出二氧化碳。

4.3.2 加两滴甲基红指示剂，用 NaOH 标准溶液趁热滴定至溶液由红色变为黄色，记录消耗的 NaOH 标准溶液体积  $V$ 。

### 4.4 结果计算

弹筒硫含量按式（5）计算：

$$S_{b,ad} = 1.6 \left( \frac{cV}{m} - \frac{\alpha Q_{b,ad}}{60} \right) \quad (5)$$

式中：

$S_{b,ad}$  —— 弹筒硫测定值，%；

$c$  —— NaOH 标准溶液浓度，mol/L；

$V$  —— 滴定消耗的 NaOH 标准溶液体积，mL；

$m$  —— 煤样质量，g；

$Q_{b,ad}$  —— 空气干燥煤样的弹筒发热量，J/g；

$\alpha$  —— 硝酸校正系数，当  $Q_{b,ad} \leq 16.70\text{MJ/kg}$ ， $\alpha = 0.0010$ ，当  $16.70\text{MJ/kg} < Q_{b,ad} \leq 25.10\text{MJ/kg}$ ， $\alpha = 0.0012$ ，当  $Q_{b,ad} > 25.10\text{MJ/kg}$ ， $\alpha = 0.0016$ ，加助燃剂后，应按总释热量考虑。

1.6 —— 将每摩尔硫酸 1/2 ( $\text{H}_2\text{SO}_4$ ) 转换为硫的质量的转换因子。

### 4.5 精密度

两次测定的相对偏差不大于 0.2%。

附 录 A  
(资料性附录)  
高位发热量的计算

A.1 按方法 A 测定弹筒硫时, 可按式 (A.1) 计算高位发热量:

$$Q_{gr,ad} = Q_{b,ad} = -\frac{301c_1V_1 + 91c_2V_2 - 3620c_3}{m} \quad (\text{A.1})$$

式中:

$Q_{gr,ad}$  ——空气干燥煤样的恒容高位发热量, J/g;

$Q_{b,ad}$  ——空气干燥煤样的弹筒发热量, J/g;

$c_1$  ——Ba(OH)<sub>2</sub> 标准溶液浓度, mol/L;

$V_1$  ——滴定消耗的 Ba(OH)<sub>2</sub> 标准溶液体积, mL;

$c_2$  ——HCl 标准溶液浓度, mol/L;

$V_2$  ——滴定消耗的 HCl 标准溶液体积, mL;

$c_3$  ——Na<sub>2</sub>CO<sub>3</sub> 标准溶液浓度, mol/L;

$m$  ——煤样质量, g。

A.2 按方法 B 测定弹筒硫时, 可按式 GB/T 213—2003 中式 (8) 计算高位发热量。