

ICS 75.160
D 21
备案号: 21233-2007

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL/T 567.7 — 2007
代替 DL/T 567.7 — 1995

火力发电厂燃料试验方法 第 7 部分: 灰及渣中硫的测定和燃煤 可燃硫的计算

Test methods of fuel in thermal power plants
Part 7: Determination of sulfur in fly ash and bottom ash and
calculation of combustible sulfur

2007-07-20 发布

2007-12-01 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 样品准备·	· 1
4 测定方法·	· 1
5 结果换算·	· 8
6 煤中不可燃硫及可燃硫的计算·	· 8

前 言

本标准是根据《国家发改委办公厅关于下达 2004 年行业标准项目计划的通知》(发改办工业[2004] 872 号)安排修订的。

DL/T 567《火力发电厂燃料试验方法》分为 9 个部分。

第 1 部分：一般规定

第 2 部分：入炉煤和入炉煤粉样品的采取方法

第 3 部分：飞灰和炉渣样品的采集

第 4 部分：入炉煤、入炉煤粉、飞灰和炉渣样品的制备

第 5 部分：煤粉细度的测定

第 6 部分：飞灰和炉渣可燃物测定方法

第 7 部分：灰及渣中硫的测定和燃煤可燃硫的计算

第 8 部分：燃油发热量的测定

第 9 部分：燃油元素分析

本部分为 DL/T 567 的第 7 部分。

本部分与 DL/T 567.6—1995 相比，主要变化如下：

——将适用范围进一步明确为煤灰、飞灰及渣；

——增加了样品准备的内容；

——增加了艾士卡法、库仑滴定法、高温燃烧—红外吸收法。

本部分自实施之日起，代替 DL/T 567.7—1995《火力发电厂燃料试验方法 灰及渣中硫的测定和燃煤可燃硫的计算》。

本部分由中国电力企业联合会提出。

本部分由电力行业电厂化学标准化技术委员会归口并解释。

本部分起草单位：西安热工研究院有限公司、江西省电力试验研究院。

本部分主要起草人：杜晓光、李资荣、马筠、吴颖庆。

本标准执行过程中的意见或建议反馈至中国电力企业联合会标准化中心(北京市白广路二条一号，100761)。

火力发电厂燃料试验方法

第7部分：灰及渣中硫的测定和燃煤可燃硫的计算

1 范围

本部分规定了煤灰、飞灰及渣中硫的五种测定方法：艾士卡法、硫酸钡质量法、高温燃烧中和法、库仑滴定法、高温管式炉燃烧—红外吸收法。根据煤中全硫及煤灰（由试验室内灰化）中的硫含量，可计算出煤中不可燃硫及可燃硫含量。

本部分适用于煤灰、飞灰及渣中硫的测定。

2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本部分的引用而成为本部分的条款。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部分，然而，鼓励根据本部分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部分。

GB/T 212 煤的工业分析方法

DL/T 567.3 飞灰和炉渣样品的采集

DL/T 567.4 入炉煤、入炉煤粉、飞灰和炉渣样品的制备

3 样品准备

3.1 飞灰及炉渣

采集方法按照 DL/T 567.3 中的规定进行。

制备方法按照 DL/T 567.4 中的规定进行。

制备出的飞灰及炉渣按照 GB/T 212 中水分测定方法进行水分的测定，并记录测定结果。

3.2 煤灰

将一般分析煤样按 GB/T 212 中煤中灰分的测定方法进行灰化，冷却后，用玛瑙研钵将煤灰研细到 0.1mm，然后再置于灰皿中，于 815℃再灼烧 30min，直至质量变化不超过 0.1%。取出放入干燥器中，称样前，应在 815℃灼烧 30min。

4 测定方法

4.1 艾士卡法

4.1.1 方法提要

将煤灰或飞灰（炉渣）样与艾士卡试剂混合灼烧后，试样中的硫均转化为可溶解的硫酸盐，然后将过滤后的溶液，加氯化钡，生成硫酸钡沉淀后用质量法测定。

4.1.2 试剂

4.1.2.1 艾士卡试剂：以 2 份质量的化学纯氧化镁与 1 份质量的化学纯无水碳酸钠混匀并研细至粒度小于 0.2mm 后，保存在密闭容器中。

4.1.2.2 盐酸（GB 622）：（1+1）溶液。

4.1.2.3 氯化钡溶液：称取氯化钡（GB 652）10g 溶于水中，并稀释至 100mL。

4.1.2.4 硝酸银溶液：称取硝酸银（GB 670）10g 溶于水中，并稀释至 1L。加几滴硝酸（GB 626），储于棕色瓶中。

4.1.2.5 甲基橙溶液：称取甲基橙 2g 溶于水中，并稀释至 1L。

4.1.3 仪器设备

4.1.3.1 分析天平：感量 0.0001g。

4.1.3.2 马弗炉：能升温到 900℃，温度可调并通风。

4.1.4 分析步骤

4.1.4.1 称取试样 0.2g~0.5g，精确至 0.0001g 和艾氏剂 2g，于 30mL 坩埚中，仔细混合均匀，再用 1g 艾氏剂覆盖。

4.1.4.2 将装有试样的坩埚移入通风良好的马弗炉，在 1h~2h 内从室温逐渐加热到 800℃~850℃，并在此温度下保持 1h~2h。

4.1.4.3 将坩埚从炉中取出，冷却到室温。用玻璃棒将坩埚中的灼烧物仔细搅松捣碎（若发现有未烧尽的碳粒，应在 800℃~850℃下继续灼烧 0.5h），然后转移到 400mL 烧杯中。用热水冲洗坩埚内壁，将洗液收入烧杯，再加入 100mL~150mL 刚煮沸的水，充分搅拌。若此时尚有黑色碳粒漂浮在液面上，则本次测定作废。

4.1.4.4 用中性定性滤纸以倾斜法过滤，用热水冲洗 3 次，然后将残渣移入滤纸中，用热水仔细清洗至少 10 次，洗液总体积约为 250mL~300mL。

4.1.4.5 往滤液中滴加 2 滴~3 滴甲基橙指示剂，加入盐酸 (1+1) 中和后再加入 2mL，使溶液呈酸性。将溶液加热到沸腾，在不断搅拌下滴加氯化钡溶液 10mL，在电热板或沙浴上微沸 5min，保温 2h，溶液最后体积保持在 200mL 左右。

4.1.4.6 溶液冷却后用致密慢速无灰定量滤纸过滤，并用热水洗至无氯离子为止（用硝酸银溶液检验）。

4.1.4.7 将沉淀连同滤纸移入已恒重的瓷坩埚中，先在低温（小于 200℃）下灰化滤纸，然后在 800℃~850℃的马弗炉中，将带沉淀的坩埚灼烧 40min，取出坩埚，稍冷，放入干燥器中，冷至室温，称重。

4.1.4.8 每配制一批试剂或改换其他任一试剂时，应进行空白试验（试验除不加灰样外，全部按第 4.1.4 步骤进行），平行做两次，取算术平均值作为空白值。

4.1.5 结果计算

煤灰或飞灰（炉渣）中硫含量（%）按式（1）计算，即

$$S_{a,ad} \text{ 或 } S_{a,d} = \frac{0.1374 \times (m_1 - m_2)}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中：

$S_{a,ad}$ ——空气干燥试样中硫的含量，%；

$S_{a,d}$ ——干燥基试样中硫的含量，%；

m_1 ——硫酸钡的质量，g；

m_2 ——空白测定时硫酸钡的质量，g；

0.1374——由硫酸钡换算为硫的系数；

m ——试样的质量，g。

4.1.6 方法的精密度

本方法的精密度见表 1。

表 1 艾士卡法测定煤灰、飞灰（炉渣）中硫的精密度

%

含量 $S_{a,ad}$ 或 $S_{a,d}$	重复性限	再现性临界差
≤1	0.05	0.10
1~4	0.10	0.20
≥4	0.20	0.30

4.2 硫酸钡质量法

4.2.1 方法提要

用盐酸浸取煤灰样中的硫酸盐，用氨水中和并沉淀浸取液中的铁、铝离子。溶液过滤后，加氯化钡，生成硫酸钡沉淀后用质量法测定。

硫酸钡质量法适用于燃煤分析试验室内制备的煤灰。

4.2.2 试剂

4.2.2.1 盐酸 (GB 622): (1+3) 溶液。

4.2.2.2 氨水 (GB 631): (1+1) 溶液。

4.2.2.3 盐酸 (GB 622): (1+1) 溶液。

4.2.2.4 氯化钡溶液: 称取氯化钡 (GB 652) 10g 溶于水中, 并稀释至 100mL。

4.2.2.5 硝酸银溶液: 称取硝酸银 (GB 670) 10g 溶于水中, 并稀释至 1L。加几滴硝酸 (GB 626), 储于棕色瓶中。

4.2.2.6 甲基橙溶液: 称取甲基橙 2g 溶于水中, 并稀释至 1L。

4.2.3 分析步骤

4.2.3.1 称取灰样 0.2g~0.5g, 精确至 0.0002g, 于 250mL 烧杯中加入盐酸 (1+3) 50mL, 盖上表面皿, 加热煮沸 20min, 取下, 趁热加入甲基橙指示剂 2 滴, 滴加氨水 (1+1) 中和至溶液刚变色, 再过量 3 滴~6 滴, 待氢氧化铁沉淀下降后, 迅速过滤于 300mL 烧杯中, 用近沸的热水洗涤沉淀 10 次~12 次, 向滤液中滴加盐酸 (1+1) 至溶液刚变色, 再过量 2mL, 往溶液中加入水稀释至约 250mL。

4.2.3.2 将溶液加热至沸, 在搅拌下滴加氯化钡溶液 10mL, 在电热板或沙浴上煮沸 5min, 保温 2h, 溶液最后体积保持在 150mL 左右。

4.2.3.3 用致密慢速无灰定量滤纸过滤, 并用热水洗至无氯离子为止 (用硝酸银溶液检验)。

4.2.3.4 将沉淀连同滤纸移入已恒重的瓷坩埚中, 先在低温 (小于 200℃) 下灰化滤纸, 然后在 800℃~850℃ 的马弗炉中, 将带沉淀的坩埚灼烧 40min, 取出坩埚, 稍冷, 放入干燥器中, 冷至室温, 称重。

4.2.3.5 每配制一批试剂或改换其他任一试剂时, 应进行空白试验 (试验除不加灰样外, 全部按第 4.2.3 条步骤进行), 平行作两次, 取算术平均值作为空白值。

4.2.4 结果计算

煤灰中硫含量 (%) 按式 (2) 计算, 即

$$S_{a,d} = \frac{0.1374 \times (m_1 - m_2)}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中:

$S_{a,d}$ ——干燥基试样中硫的含量, %;

m_1 ——硫酸钡的质量, g;

m_2 ——空白测定时硫酸钡的质量, g;

0.1374——由硫酸钡换算为硫的系数;

m ——试样的质量, g。

4.2.5 方法的精密度

本方法的精密度见表 2。

表 2 硫酸钡质量法测定煤灰中硫的精密度

%

含量 $S_{a,d}$	重复性限	再现性临界差
≤2	0.08	0.16
>2	0.12	0.24

4.3 高温燃烧中和法

4.3.1 方法提要

煤灰样或飞灰（炉渣）样以活性炭粉作添加剂，于 1300℃ 空气流中分解，样品中的硫化物分解生成的三氧化硫、二氧化硫用过氧化氢溶液吸收，以甲基红—溴甲酚绿为指示剂，用氢氧化钠标准溶液滴定。

4.3.2 试剂

4.3.2.1 活性炭粉：粒度小于 0.1mm。

4.3.2.2 酚酞溶液：称取酚酞 1g 溶于 95% 乙醇（GB 679）中，并用乙醇稀释至 100mL。

4.3.2.3 硫酸（GB 625）。

4.3.2.4 过氧化氢溶液：量取过氧化氢（GB 6684）10mL，稀释至 100mL，加入适量混合指示剂，混合均匀备用。

4.3.2.5 氢氧化钠溶液： $c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}$ 。

4.3.2.6 氢氧化钾溶液：称取氢氧化钾（GB 2306）25g 溶于水中，并用水稀释至 100mL。

4.3.2.7 氢氧化钠标准溶液：称取氢氧化钠（GB 629）5g 溶于 5L 已煮沸 5min 并放冷的水中，充分混匀，储于聚乙烯瓶中，并隔绝二氧化碳保存。标定方法如下。

准确称取预先在约 120℃ 干燥 1h 的苯二甲酸氢钾（GB 1291）基准试剂 0.1g，精确至 0.0002g，于 300mL 烧杯中，加入已煮沸 5min 并经中和、放冷的水 150mL 加酚酞指示剂 2 滴~3 滴，以氢氧化钠标准溶液滴定至微红色。氢氧化钠标准溶液对硫的滴定度 T_s 按式（3）计算，即

$$T_s = \frac{0.016G}{0.2042V_1} \quad (3)$$

式中：

T_s ——氢氧化钠标准溶液对硫的滴定度，g/mL；

G ——苯二甲酸氢钾的质量，g；

V_1 ——标定时所耗氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

0.2042 ——苯二甲酸氢钾的毫摩尔质量，g/m mol；

0.016 ——硫的毫摩尔质量，g/m mol。

4.3.2.8 混合指示剂：称取溴甲酚绿 1g 溶于 14mL 氢氧化钠（GB 629） $[c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}]$ 溶液中，可用平头玻璃棒研磨并溶于 1L 水中。另取甲基红（HG/T 3449）1g 溶于 37mL 氢氧化钠（GB 629） $[c(\text{NaOH}) = 0.1\text{mol/L}]$ 溶液中，再溶于 1L 水中，使用时，两种溶液等体积混合。

4.3.2.9 变色硅胶。

4.3.3 仪器设备

4.3.3.1 燃烧炉：管状，硅碳棒或硅碳管加热，炉温能保持在 1300℃ ± 20℃，恒温带 80mm~100mm，配有铂铑—铂热电偶和温控装置。

4.3.3.2 异径燃烧管：刚玉制，管长约 750mm，一端外径 22mm，内径 19mm，长约 690mm；另一端外径 10mm，内径 7mm，长约 60mm。

4.3.3.3 燃烧舟：刚玉舟或耐火度大于 1400℃ 的瓷舟，长 77mm、上宽 12mm、高 8mm。

4.3.3.4 镍铬丝推棒：直径约 2mm，长约 650mm，一端卷成直径约 10mm 的圆垫，作为推进燃烧舟用。

4.3.3.5 T 形玻璃管：安装推棒兼作进空气用。

4.3.3.6 气体转子流量计：最大测量范围为 1L/min。

4.3.3.7 气体过滤器：由玻璃砂烧结而成的玻璃熔板，熔板号为 G₂，孔径 4.9μm~9μm，分散气体用。

4.3.3.8 锥形瓶：250mL。

4.3.3.9 洗气瓶：250mL。

4.3.3.10 干燥塔：250mL。

4.3.3.11 水力抽气泵或真空泵一台。

4.3.3.12 硅橡胶管：外径 11mm，内径 6mm。

4.3.3.13 定硫吸收器：60mL。

4.3.4 分析步骤

4.3.4.1 按图 1 接好仪器，通电升温至 $1300^{\circ}\text{C} \pm 20^{\circ}\text{C}$ ，向定硫吸收器和锥形瓶中注入过氧化氢溶液 50mL。

4.3.4.2 空气应先经过内装氢氧化钾溶液和内装硫酸的洗气瓶，并经过内装变色硅胶的净化系统。

4.3.4.3 开动抽气泵，调节空气流速约为 500mL/min，并以氢氧化钠标准溶液调节过氧化氢溶液至亮绿色，在玻璃三通活塞的侧管内注入约 3mL 水。

4.3.4.4 称取灰样 0.1g（精确至 0.0002g）和活性炭粉 0.1g 于燃烧舟中，用细镍铬丝充分混匀，放入燃烧管内，塞上带有镍铬丝推棒和 T 形玻璃管的塞子，用推棒将燃烧舟推入炉内中心恒温带，立即抽回推棒，以免变形。

4.3.4.5 燃烧 10min 后，以氢氧化钠标准溶液滴定至定硫吸收器内的过氧化氢溶液由红变绿，拧动玻璃三通活塞，使在侧管内的水被抽入定硫吸收器内，冲洗存留在侧管内的酸，此时过氧化氢溶液又由绿变红，继续滴定至亮绿色为终点，锥形瓶中过氧化氢溶液颜色如有变化，按本条前述相同方法进行滴定。

4.3.4.6 关上抽气泵，取出燃烧舟，接着放入装有第二个灰样的燃烧舟，重复上述操作，进行连续测定，当氢氧化钠标准溶液消耗超过 20mL 后，更换过氧化氢溶液。

4.3.5 结果计算

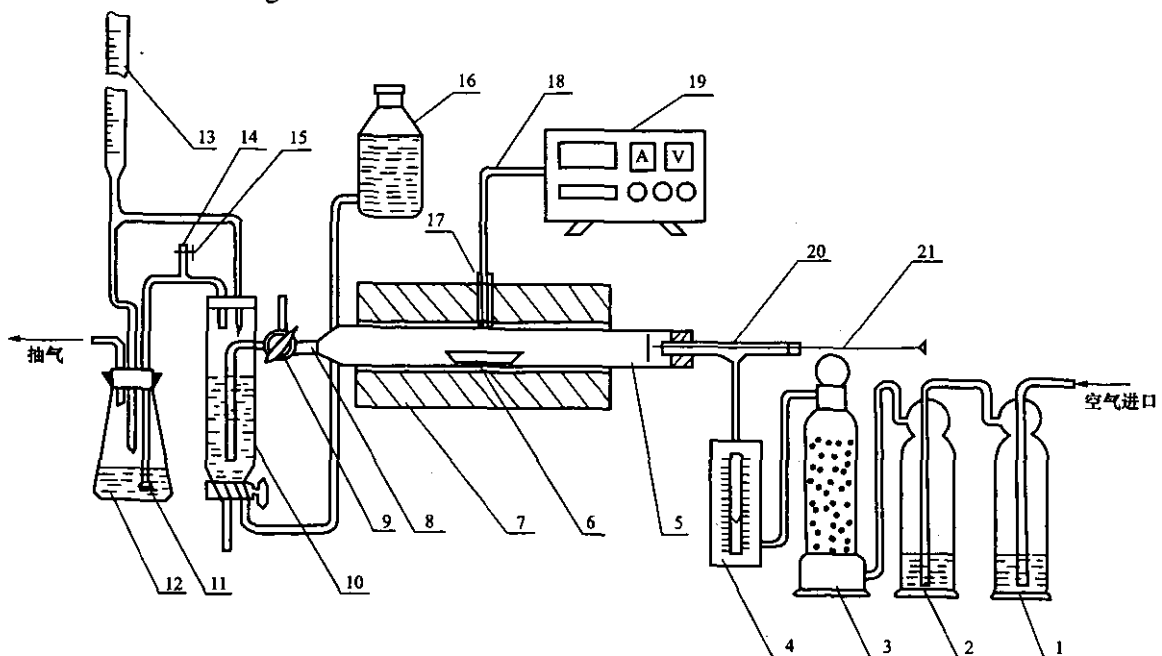
煤灰、飞灰（炉渣）中硫含量（%）按式（4）计算，即

$$S_{a,ad} \text{ 或 } S_{a,d} = \frac{T_s V_2}{m} \times 100 \quad (4)$$

式中：

V_2 ——试液所耗氢氧化钠标准溶液的体积，mL；

m ——试样的质量，g。



1—洗气瓶（内装氢氧化钾溶液）；2—洗气瓶（内装浓硫酸）；3—干燥塔（内装变色硅胶）；
4—气体转子流量计；5—异径燃烧管；6—燃烧舟；7—燃烧炉；8—硅橡胶管；9—玻璃三通活塞；
10—定硫吸收器；11—气体过滤器；12—锥形瓶；13—滴定管；14—玻璃三通；15—弹簧夹；
16—吸收液下口瓶；17—热电偶套管；18—热电偶；19—控温器；20—T形玻璃管；21—推棒

图 1 高温燃烧中和法测定装置示意

4.3.6 方法的精密度

本方法的精密度见表 3。

表 3 高温燃烧中和法测定煤灰、飞灰（炉渣）中硫的精密度 %

含量 $S_{a,ad}$ 或 $S_{a,d}$	重复性限	再现性临界差
≤ 2	0.08	0.16
> 2	0.12	0.24

4.4 库仑滴定法

4.4.1 方法提要

煤灰样或飞灰（炉渣）样在 1150℃ 高温和催化剂作用下，于净化过的空气流中燃烧，试样中的硫化物分解为二氧化硫和少量三氧化硫而逸出，被空气带到库仑定硫仪的电解池内与水化合生成亚硫酸和少量硫酸，仪器设置的碘—碘化钾电对的电位平衡被破坏，仪器立即以自动电解碘化钾溶液生成的碘来氧化滴定亚硫酸，电解产生碘所耗用的电量经仪器内部电路转换为相应的硫含量（mg），并由积分仪显示，根据显示的毫克数除以试样质量即得试样中硫含量。

4.4.2 试剂

4.4.2.1 三氧化钨。

4.4.2.2 变色硅胶。

4.4.2.3 氢氧化钠（GB 629）：粒状。

4.4.2.4 电解液：称取碘化钾（GB 1272）5g、溴化钾（GB 649）5g 和量取冰乙酸（GB 676）10mL，溶于水中，并用水稀释至 250mL~300mL。

4.4.3 仪器设备

4.4.3.1 送样程序控制器：灰样可按指定的程序前进或后退。

4.4.3.2 高温炉：用硅碳棒作加热元件，有不小于 80mm 长的高温带（1150℃±5℃），燃烧管和燃烧舟需耐温 1300℃ 以上，采用铂铑—铂热电偶。

4.4.3.3 搅拌器和电解池：搅拌器转速为 500r/min，连续可调，电解池高约 120mm，容量约 400mL，内安有两块面积为 150mm² 的铂电解电极和两块面积为 15mm² 的铂指示电极，指示电极响应时间小于 1s。

4.4.3.4 库仑积分器：电解电流 0mA~350mA 范围内积分线性度应为 ±0.1%，并配有 5~6 位数字的数码管显示硫的毫克数。

4.4.3.5 空气净化系统：由抽气泵供出的约 1500mL/min 的空气，经过内装氢氧化钠（同 4.4.2.3）及变色硅胶（同 4.4.2.2）的干燥管净化、干燥。

4.4.3.6 燃烧舟：长 70mm~77mm，素瓷或刚玉制品，耐温 1200℃ 以上。

4.4.4 试验准备

4.4.4.1 接通电源后，使高温炉升到 1150℃±5℃，另取一组已校正过的铂铑—铂热电偶高温计测定燃烧管中高温带的位置、长度及 500℃ 预分解的位置。

4.4.4.2 调节送样程序控制器，使预分解及高温分解的位置分别处于高温炉的 500℃ 和 1150℃ 处。

4.4.4.3 在燃烧管中充填厚度为 3mm 的硅酸铝棉，分别放置于高温带后端及燃烧管出口处。

4.4.4.4 将送样程序控制器、高温炉（内装燃烧管）、库仑积分器、搅拌器、电解池和空气净化系统组装在一起。

4.4.4.5 开动送气抽气泵，将抽气速度调节到 1L/min，然后关闭电解池与燃烧管间的活塞。如抽气速度可降到 500mL/min 以下，表示电解池、干燥管等部件均气密。否则，需重新检查电解池等各部件。

4.4.5 仪器标定

4.4.5.1 使用有证煤灰标准物质进行测硫仪标定。采用多点标定法时，选用的标准物质应能覆盖被测样

品的硫含量范围；使用单点标定法时，选用与被测样品硫含量相近的标准物质。

4.4.5.2 根据仪器说明书要求输入硫标准值。

4.4.5.3 按分析步骤测定煤灰标准物质的硫含量，每一标准物质应重复测定 3 次，以 3 次测定值的平均值为煤灰标准物质的硫测定值。

4.4.5.4 标定结束后使用另外的煤灰标准物质进行硫测定试验以检查标定的有效性。若测定值与标准值不一致（两者之差超过规定的不确定度），应查找原因，重新标定仪器。

4.4.6 分析步骤

4.4.6.1 将炉温控制在 $1150^{\circ}\text{C} \pm 10^{\circ}\text{C}$ 。

4.4.6.2 将抽气泵的抽气速度调到 1L/min，于抽气条件下，将 250mL~300mL 电解液倒入电解池内，开动搅拌器。

4.4.6.3 在燃烧舟中放入少量非测定用的灰样，置于炉内的石英托盘上，开启程序控制器，石英托盘即自动进炉，库仑滴定随即开始试验（终点电位调整试验），如试验结束后库仑积分器的显示值为 0，应再次实验，直至显示值不为零。

4.4.6.4 称取试样 0.05g，精确至 0.0002g，于燃烧舟中（当硫含量大于 4% 时，可将称样量减至 0.02g~0.03g）。在试样上盖一薄层三氧化钨，将燃烧舟置于炉内的石英托盘上，开启程序控制器，石英托盘即自动进炉，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并由打印机打印。

4.4.7 结果计算

煤灰样、飞灰（炉渣）样中硫含量（%）按式（5）计算，即

$$S_{a,ad} \text{ 或 } S_{a,d} = \frac{S}{10m} \quad (5)$$

式中：

S ——库仑积分器显示的硫量，mg；

m ——试样的质量，g。

4.4.8 方法的精密度

本方法的精密度见表 4。

表 4 库仑滴定法测定煤灰、飞灰（炉渣）中硫的精密度 %

含量 $S_{a,ad}$ 或 $S_{a,d}$	重复性限	再现性临界差
≤ 2	0.08	0.16
> 2	0.12	0.24

4.5 高温管式炉燃烧—红外吸收法

4.5.1 方法提要

已知质量的试样，在最低温度为 1350°C 的管式炉中在氧气辅助下燃烧，试样中硫被氧化成气态硫氧化物，水分被无水高氯酸镁吸收。燃烧后气体通过装有红外检测器的硫氧化物吸收池，硫氧化物吸收特种红外波长的能量，其他元素的氧化物可能吸收的红外波长能量通过波长过滤器消除，当燃烧后气体通过红外吸收池时能量被吸收，通过检测器得到的损失的能量即为被硫氧化物吸收的红外能量代表的硫氧化物含量。

此试验方法适用于能按上述方法自动进行操作的红外测硫仪。

4.5.2 试剂

4.5.2.1 高氯酸镁。

4.5.2.2 氧气（纯度 99.5%）：存放于气瓶内的压缩气体，并配备有合适的压力调节器和针型阀以控制气流。

4.5.3 仪器设备

4.5.3.1 红外测硫仪。

- a) 红外检测及自动控制装置。
- b) 管式炉：加热区域长度为 150mm~165mm，温度至少到 1300℃，并装配有助燃气路。
- c) 燃烧管：由高铝红柱石、陶瓷或锆石制成，内径约 23mm，厚约 3mm，长约 450mm。

4.5.3.2 燃烧舟：由无铁、耐高温材料制成，高度约 10mm，长度约 55mm。

4.5.3.3 燃烧舟推杆：杆体由耐高温材料制成，手柄端配有隔热护眼的挡板；杆头端为弯钩形或圆环形以便推入和取出燃烧舟。

4.5.4 仪器标定

在开始标定仪器之前，至少进行两次样品（任选一样品）测试以调整设备状态。

对于分段标定，使用能够覆盖待测样品三氧化硫含量全范围的高、中、低标准物质（至少 3 个标准物质）进行至少三段曲线的标定，每段曲线标定时可采用同一标准物质称取不同试样量的方法进行测试，也可采用不同标准物质称取相同试样量的方法进行测试。

对于单点标定，应使用硫值略高于待测样品的预期值的标准物质进行标定。

标定测试结束后选取至少 5 个重复性满足精密度要求的测试结果进行标定曲线回归。

4.5.5 分析步骤

4.5.5.1 按仪器使用说明书打开测硫仪。

4.5.5.2 标定仪器。

4.5.5.3 称量试样于燃烧舟中（对于三氧化硫含量小于 2% 的样品，称取试样量为 $300\text{mg} \pm 0.1\text{mg}$ ，对于三氧化硫大于 2% 的样品，称取试样量为 $140\text{mg} \pm 0.1\text{mg}$ ），并将其放入高温燃烧区，仪器自动进行测试。

4.5.5.4 当测试结束后，仪器计算并显示硫测定结果。

4.5.6 结果的表述

测定结果以三氧化硫的百分含量报出。

4.5.7 方法的精密度

本方法的精密度见表 5。

表 5 高温管式炉燃烧—红外吸收法测定煤灰、飞灰（炉渣）中硫的精密度 %

SO ₃ 含量 %	重复性限	再现性临界差
0.8~12.9	$0.02+0.06\bar{x}$	$0.14+0.08\bar{x}$
注： \bar{x} 为两次测定结果的平均值，%		

5 结果换算

煤灰或飞灰（炉渣）中三氧化硫含量（%）可按式（6）计算，即

$$\text{SO}_3 = 2.5 S_{\text{a.ad}} \quad (6)$$

式中：

$S_{\text{a.ad}}$ —— 煤灰或飞灰（炉渣）中硫含量，%；

SO_3 —— 煤灰或飞灰（炉渣）中三氧化硫含量，%。

6 煤中不可燃硫及可燃硫的计算

6.1 煤中不可燃硫的计算

煤中不可燃硫的计算可按式（7），即

$$S_{IC,ad} = S_{a,ad} A_{ad} \quad (7)$$

式中：

$S_{IC,ad}$ ——煤中不可燃硫含量，%；

$S_{a,ad}$ ——煤灰中硫含量，%；

A_{ad} ——空气干燥基试样灰分，%。

6.2 煤中可燃硫的计算

煤中可燃硫的计算可按式（8），即

$$S_{c,ad} = S_{t,ad} - S_{IC,ad} \quad (8)$$

式中：

$S_{c,ad}$ ——煤中可燃硫含量，%；

$S_{t,ad}$ ——煤中全硫含量，%。