

ICS 13.030.99

Z 27

备案号: 50803-2015

DL

中华人民共和国电力行业标准

DL / T 1483 — 2015

石灰石-石膏湿法烟气脱硫系统 化学及物理特性试验方法

Test methods of chemical and physical characteristics
for limestone gypsum wet flue gas desulfurization system

2015-07-01 发布

2015-12-01 实施

国家能源局 发布

目 次

前言 II

引言 III

1 范围 1

2 规范性引用文件 1

3 术语和定义 1

4 实验室样品采集与保存 2

5 试验方法 4

6 试验结果的表达 6

附录 A（规范性附录） 烟气相关试验方法 7

附录 B（规范性附录） 石膏浆液相关试验方法 17

附录 C（规范性附录） 石灰石浆液相关试验方法 23

附录 D（规范性附录） 固含量的测定—重量法 25

附录 E（规范性附录） 石膏硫酸盐的测定—结晶水计算法 26

附录 F（资料性附录） 相关量间的换算 27

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009《标准化工作导则 第 1 部分：标准的结构和编写》给出的规则起草。
本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业环境保护标准化技术委员会归口。

本标准起草单位：国网湖北省电力公司电力科学研究院、中国电力企业联合会、国网河北省电力公司电力科学研究院、广西电网有限责任公司电力科学研究院、广州珠江电力有限公司。

本标准主要起草人：刘绍银、刘志强、张莹、宋晓红、林朝扶、于峥、李振海、唐从明、宋国升、申劲松、张龙飞、朱琦妮、陈俩。

本标准在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管理中心（北京市白广路二条一号，100761）。

引 言

本标准是根据国家能源局《关于下达 2013 年第一批能源领域行业标准制（修）订计划的通知》（国能科技〔2013〕235 号）的安排制定的。

石灰石-石膏湿法烟气脱硫系统中的吸收剂（石灰石）、浆液、滤液、废水和脱硫石膏等的化学、物理特性是表征该系统可靠性、稳定性、经济性的重要指标。及时、准确地对其进行分析测试是石灰石-石膏湿法烟气脱硫高效稳定运行的基础。目前，我国尚没有一套较为系统的与石灰石-石膏湿法烟气脱硫系统脱硫性能相关的化学及物理特性试验方法，使脱硫系统的运行监控无方法可依，同时，也容易使与脱硫系统性能相关的标准制定相互之间产生混乱。

本标准针对石灰石-石膏湿法烟气脱硫的特点，提供了一套吸收剂（石灰石）、浆液、滤液、废水和脱硫石膏的化学、物理特性试验方法，由一系列方法组成，内容主要包括实验室样品采集与保存、试验方法、试验结果的表达。

本标准仅提供了石灰石-石膏湿法烟气脱硫系统特有的被检测项目的试验方法，其他项目的试验方法可以从通用试验方法标准中取得。

本标准未对方法的检测范围和准确度进行系统地考察。鉴于此，附录中所列方法均以资料性附录给出。选用本标准的各方，需结合自身试验条件，不断积累方法的准确度信息。

本标准是一项基础性技术标准，可为脱硫系统的运行技术监控提供方法依据，也可与其他相关性能试验或产品标准的制定、修订提供引用源，为同类标准试验方法的一致性提供借鉴。

石灰石-石膏湿法烟气脱硫系统化学及物理特性试验方法

1 范围

本标准规定了石灰石-石膏湿法烟气脱硫系统与脱硫性能相关的化学及物理特性试验方法。

本标准适用于燃煤电厂石灰石-石膏湿法烟气脱硫系统，工业锅炉烟气、钢铁行业烧结机废气石灰石-石膏湿法脱硫系统可参照执行。

2 规范性引用文件

下列文件对本文件是必不可少的。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 474 煤样的制备方法
GB/T 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备
GB/T 1345—2005 水泥细度检验方法 筛析法
GB/T 2565 煤的可磨性指数测定方法 哈德格罗夫法
GB/T 5484—2012 石膏化学分析方法
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
GB/T 15057.1—1994 化工用石灰石采样与样品制备方法
GB/T 15057.2 化工用石灰石中氧化钙和氧化镁含量的测定
GB/T 15057.3 化工用石灰石中盐酸不溶物含量的测定 重量法
GB/T 15057.5 化工用石灰石中二氧化硅含量的测定 钼蓝分光光度法
GB/T 15057.11 化工用石灰石粒度的测定
GB/T 21508—2008 燃煤烟气脱硫设备性能测试方法
GB/T 27501 pH 值测定用缓冲溶液制备方法
DL/T 943 烟气湿法脱硫用石灰石粉反应速率的测定
HJ 493 水质采样 样品的保存和管理技术规定

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

实验室样品 laboratory sample

送往实验室供检验或测试而制备的样品。

3.2

试样 test sample

由实验室样品制备的、从中抽取试料的样品。

3.3

收到基 as received base

计算物质成分的基准，指固体物料原始状态全部成分的组合为基准计算物质的含量的一种表示方法。

3.4

干燥基 **dried base**

以除去附着水后的固体样品全部成分的组合为基准计算物质的含量的一种表示方法。石膏干燥基指石膏试样在 42℃~48℃干燥至恒量状态时的石膏为基准；石灰石干燥基指石灰石试样在 105℃~110℃干燥至恒量状态时的石灰石为基准。

3.5

石灰石块 **limestone blocks**

使用石灰石磨机制备石灰石浆液并且粒径不大于 20mm 的石灰石原料。

3.6

石灰石粉 **limestone powder**

为制备石灰石浆液而将石灰石经磨机磨制成的石灰石粉状物，石灰石粉粒径一般不大于 0.063mm。

3.7

石灰石浆液细度 **limestone slurry fineness**

使用石灰石湿式磨机制备的石灰石浆液中固体石灰石的细度。

3.8

石膏浆液滤液 **gypsum slurry filtrate**

石灰石-石膏湿法烟气脱硫系统中，通过一定工艺将石膏浆液中固体脱除后的回收再利用水。

4 实验室样品采集与保存

4.1 一般要求

4.1.1 所有样品应进行标识，标识内容宜包括样品编号、采样量、采样时间、采样人员、采样位置及检测项目等信息。

4.1.2 如样品需要备查，请将所采样品等分为两份，一份送往实验室测试，另一份按要求保存备查。

4.2 烟气

烟气实验室样品的采集与保存应符合表 1 的要求。

表 1 烟气实验室样品的采集与保存

样品名称	采样位置	采样方法	容器/容量	保存时间	保存条件
氟化氢吸收液	脱硫烟道断面	见附录 A 中 A.1.4	P/250mL	14d	0℃~4℃，避光
氯化氢吸收液	脱硫烟道断面	见附录 A 中 A.2.4	P， G/250mL	30d	0℃~4℃，避光
三氧化硫冷凝液	脱硫烟道断面	见附录 A 中 A.3.4	P， G/250mL	尽快测量	0℃~4℃，避光
雾滴捕集液	脱硫出口烟道断面	见附录 A 中 A.4.4	P， G/250mL	14d	加硝酸,使硝酸浓度为 1%
注：P——聚乙烯塑料瓶；G——玻璃瓶					

4.3 石灰石

4.3.1 石灰石粉

4.3.1.1 采样地点为石灰石制粉系统下料管道采样口或石灰石粉罐装车气力输送管道。

4.3.1.2 每个采样批次采集 5 个份样，每个份样的样品数量应不少于 300g。采集的份样应立即装入密闭、防潮的容器中。

- 4.3.1.3 在石灰石制粉系统下料管道采样口进行石灰石粉采集时，应以半个白天或 1 个白天的下料作为一个批次，5 个份样采集间隔的时间应均匀分布于整个采样时段；在石灰石粉罐装车气力输送管道上采样时，每车作为 1 个批次，5 个份样采集间隔的时间应均匀分布于整个卸车时段。
- 4.3.1.4 将采集的份样充分混合，然后采用四分法将样品缩分到 300g~400g，并将缩分后的混合样立即放入密闭、防潮的磨口广口瓶中。
- 4.3.1.5 若对每天入库的粉料作为一个批量进行分析，应将 4.3.1.1~4.3.1.4 采集的每辆粉罐车的缩分样再进行混合，并再次根据四分法缩分到 300g~400g。
- 4.3.1.6 必要时，采取备查样品。
- 4.3.1.7 样品保存时间，一般不应超过 6 个月。

4.3.2 石灰石块状料

- 4.3.2.1 在运输车上采集石灰石块状料的方法按 GB/T 15057.1—1994 中 3.2 的规定进行。
- 4.3.2.2 在磨机皮带秤处取石灰石块状料的方法按 GB/T 15057.1—1994 中 3.4 的规定进行。
- 4.3.2.3 其他应按 5.3.1.4、5.3.1.6、5.3.1.7 进行。

4.4 石灰石浆液

- 4.4.1 采集容器必须是洁净的硬质玻璃瓶或塑料制品。采样时，应先用浆液冲洗 2 次~3 次，然后用浆液充满容器，迅速盖上瓶盖。
- 4.4.2 在石灰石浆液泵出口采样时，应先放掉管道残存的浆液，再放空数秒钟，然后冲洗采样瓶后再采样。
- 4.4.3 在石灰石浆液旋流器溢流口采样时，采样前，石灰石磨机应停止使用滤液水制浆 30min 后再采样。
- 4.4.4 以半个白天或 1 个白天为 1 个样品分析周期时，应在整个周期时段上按时间间隔均匀分布，采集 5 个份样，然后将其混合，作为 1 个实验室测试样品。
- 4.4.5 每个石灰石浆液实验室样品采集的混合样总量应不小于 500mL，并应在采样的同时测量浆液温度。
- 4.4.6 样品送实验室后，应尽快完成测试。

4.5 石膏

- 4.5.1 石膏实验室样品采样应在脱水皮带下料口断面上按左中右三点均匀取样，混合均匀，样品总量约为 200g；当脱水皮带下料口断面采样不具备条件时，可在脱硫渣储放处采样。
- 4.5.2 用于测定附着水和亚硫酸盐含量的样品，应尽快密封保存后送回实验室测试；其他测试项目若有必要，可采取备查样，密封保存可达 6 个月。
- 4.5.3 石膏实验室样品的采集与保存应符合表 2 的规定。

表 2 石膏实验室样品的采集与保存

样品名称	采样位置	容器/容量	保存时间	保存条件
脱硫石膏	脱硫石膏脱水皮带下料口或脱硫渣储放处	P, G/500mL	尽快测定	密闭，防蒸发
注：P——聚乙烯塑料瓶；G——玻璃瓶				

4.6 石膏浆液

- 4.6.1 石膏浆液采样点的位置可根据实际试验需要确定。

4.6.2 用于测试石膏浆液密度的样品，宜单独用已知体积的密度瓶或试剂瓶采样。样品应采满容器，采样后立即盖紧瓶塞。

4.6.3 当采集的石膏浆液用于浆液中水溶性离子分析时，浆液样品应采满容器，采样后立即盖紧瓶塞，并立即在采集现场或尽快地用 G3 玻璃过滤器，按附录 B 中 B.2.3 进行样品处理。

4.6.4 石膏浆液亚硫酸盐分析实验室样品采集时应使用碘量瓶。采集前，应预先向清洁、干燥的 250mL 碘量瓶中分别加入 0.1mol/L 碘溶液 20.00mL 和 (1+1) 盐酸溶液 20.00mL，盖紧磨口塞，避光。样品采集时可先用硬质玻璃或者塑料采样瓶承接样品，然后立即从中量取 20.00mL~50.00mL 浆液样品置于已加入碘溶液的碘量瓶中，立即盖紧碘量瓶磨口塞，充分摇匀，避光。碘量瓶中加完浆液后应仍能显出碘的颜色，否则应减少取样量。

4.6.5 样品送实验室后，应尽快完成测试。

4.7 石膏浆液滤液及脱硫废水

石膏浆液滤液及脱硫废水实验室样品采集与保存应符合表 3 的要求。

表 3 石膏浆液滤液及脱硫废水实验室样品采集与保存

样品名称	采样位置	采样方法	容器/容量	保存时间	保存条件
石膏浆液滤液	石膏浆液旋流器溢流口	HJ 493	P, G/500mL	24h ^a	密闭，定容采样
脱硫废水	脱硫废水处理系统进、出口	HJ 493	P, G/500mL	24h ^a	密闭，定容采样
^a pH 值应现场测定					

5 试验方法

5.1 烟气应测定项目的试验方法见表 4。

表 4 烟气应测定项目的试验方法

序号	试验项目	方 法 名 称	试 验 方 法
1	氟化氢	氟离子选择性电极法	见附录 A 中 A.1.5、A.1.6.1
		离子色谱法	见附录 A 中 A.1.5、A.1.6.2
2	氯化氢	硫氰酸钾滴定法	见附录 A 中 A.2.5、A.2.6.1
		离子色谱法	见附录 A 中 A.2.5、A.2.6.2
3	三氧化硫	容量滴定法	见附录 A 中 A.3.5~A.3.7
4	雾滴含量	镁离子示踪法	见附录 A 中 A.4.5~A.4.7

5.2 石灰石应测定项目的试验方法见表 5。

表 5 石灰石应测定项目的试验方法

序号	试验项目	方 法 名 称	试 验 方 法
1	石灰石块粒度	筛分法	GB/T 15057.11 ^a
2	石灰石粉细度	水筛法	见附录 C 中 C.2 ^b
		负压筛析法	GB/T 1345—2005 ^c 负压筛析法
3	可磨性指数	哈德格罗夫法	GB/T 2565 ^d

表 5（续）

序号	试验项目	方 法 名 称	试 验 方 法
4	活性	盐酸滴定法	DL/T 943 ^e
5	氧化钙	EDTA 滴定法	GB/T 15057.2 ^e
6	氧化镁	EDTA 滴定法	GB/T 15057.2 ^e
7	盐酸不溶物	重量法	GB/T 15057.3 ^e
8	二氧化硅	钼蓝分光光度法	GB/T 15057.5 ^e
<p>^a 如无特殊要求，应使用筛孔孔径 20mm 圆孔试验筛。</p> <p>^b 取石灰石粉样品 100g 左右，并在 105℃~110℃干燥 2h 后，称取石灰石粉样品 20g~25g，精确至 0.01g，入筛后按步骤操作即可。</p> <p>^c 取石灰石粉样品 100g 左右，并在 105℃~110℃干燥 2h 后，采用 63μm 方孔筛或 45μm 方孔筛测定，测定结果应注明所用筛孔径。</p> <p>^d 按 GB/T 474 取样品 1kg 左右，并破碎到 6mm 后测定。</p> <p>^e 取石灰石块可磨性分析试样 10g 左右研磨全部通过 125μm 筛孔，或石灰石粉样 10g 左右，并于 105℃~110℃干燥 2h 后进行成分及活性分析。成分分析所得结果宜换算为 g/kg 表示的含量</p>			

5.3 石灰石浆液应测定项目的试验方法见表 6。

表 6 石灰石浆液应测定项目的试验方法

序号	试验项目	方 法 名 称	试 验 方 法
1	密度	密度瓶法	见附录 C 中 C.1
2	固含量	重量法	见附录 D ^a
3	细度	水筛法	见附录 C 中 C.2
<p>^a 充分摇匀的石灰石浆液实验室样品，快速倒入 100mL 的量筒中（一次性倒入 100mL 量筒内，体积不少于 50mL，量筒倒入浆液后不能再次倒入），记录浆液体积，作为固含量测试试样体积</p>			

5.4 石膏应测定项目的试验方法见表 7。

表 7 石膏应测定项目的试验方法

序号	试验项目	方 法 名 称	试 验 方 法
1	附着水	干燥差减法	GB/T 5484—2012 第 9 章 ^a
2	结晶水	干燥差减法	GB/T 5484—2012 第 10 章 ^a
3	酸不溶物	盐酸处理法	GB/T 5484—2012 第 31 章 ^a
4	硫酸盐 （以二水硫酸钙计）	硫酸钡重量法	GB/T 5484—2012 第 11 章 ^b
		结晶水计算法	见附录 E
5	亚硫酸盐（以半水亚硫酸钙计）	碘量法	GB/T 5484—2012 ^a
6	碳酸盐（以碳酸钙计）	过量盐酸分解—氢氧化钠返滴定法	GB/T 21508—2008 5.13.3.3 ^a
7	水溶性氯离子 （以氯离子计）	硝酸银滴定法	GB/T 5484—2012 ^a
<p>^a 分析所得结果宜换算为 g/kg 表示的含量。</p> <p>^b 分析所得结果应换算为二水硫酸钙表示的硫酸盐，单位为 g/kg，换算系数为 21.5</p>			

5.5 石膏浆液应测定项目的试验方法见表 8。

表 8 石膏浆液应测定项目的试验方法

序号	试验项目	方 法 名 称	试 验 方 法
1	pH 值	pH 计法	见附录 B 中 B.1
2	密度	密度瓶法	见附录 C 中 C.1
3	水溶性氯离子	硝酸银滴定法	见附录 B 中 B.2
		电位滴定法	见附录 B 中 B.3
4	水溶性硫酸盐	硫酸钡重量法	见附录 B 中 B.4
5	水溶性钙、镁离子	EDTA 滴定法	见附录 B 中 B.5
6	总亚硫酸盐	碘量法	见附录 B 中 B.6
7	固含量	重量法	附录 D ^a
^a 充分摇匀的石膏浆液实验室样品，快速倒入 100mL 的量筒中（一次性倒入 100mL 量筒内，体积不少于 50mL，量筒倒入浆液后不能再次倒入），记录浆液体积，作为固含量测试时的试样体积			

5.6 石膏浆液滤液应测定项目的试验方法见表 9。

表 9 石膏浆液滤液应测定项目的试验方法

序号	试验项目	方 法 名 称	试 验 方 法
1	pH 值	pH 计法	见附录 B 中 B.1
2	水溶性氯离子 （以氯离子计）	硝酸银滴定法	见附录 B 中 B.2
		电位滴定法	见附录 B 中 B.3
3	固体悬浮物	重量法	见附录 D
注：本表所提及的本标准条文，皆指其细节			

5.7 脱硫废水应测定项目的试验方法见表 10。

表 10 脱硫废水应测定项目的试验方法

序号	试验项目	方 法 名 称	试 验 方 法
1	pH 值	pH 计法	见附录 B 中 B.1
2	固体悬浮物	重量法	见附录 D

6 试验结果的表达

- 6.1 烟气试验结果均以标准状态下干烟气中所含被检测物的质量表示，单位应为 mg/m^3 。
- 6.2 石灰石试验项目中凡是以含量表述的被检测物质，均以石灰石干燥基质量分数表达，单位应为 mg/kg 或 g/kg ；以样品收到基为基础的试验结果表达，可参照附录 F 中 F.3 进行换算。
- 6.3 石膏试验结果的表达，除收到基应用附着水含量外，其余项目应以石膏干燥基质量分数表达，单位应为 mg/kg 或 g/kg ；以样品收到基为基础的试验结果表达，可参照附录 F 中 F.3 进行换算。
- 6.4 液体样品（石膏浆液滤液、脱硫废水）或固液混合物样品（石灰石浆液、石膏浆液）的试验项目中，凡是以含量表述的被检测物质，应以单位样品体积中被检测物质质量表达，单位应为 mg/L 或 g/L 。
- 注：不同温度间密度的换算可参照附录 F 中 F.2 进行；浆液密度与固含量间可进行换算，方法参见附录 F 中 F.1。

附 录 A
(规范性附录)
烟 气 相 关 试 验 方 法

A.1 烟气中氟化氢的测定

A.1.1 方法原理

使用氢氧化钠溶液为吸收液采集脱硫系统烟气中气态氟化氢，制备成试样。当溶液的总离子强度为定值而且足够大时，其电极电位与溶液中氟离子活度的对数呈线性关系。或者利用氟离子在离子色谱分析柱上的保留特性，实现氟离子与其他阴离子的分离，可根据氟离子峰高或者峰面积对氟离子进行定量。

A.1.2 仪器

- A.1.2.1 烟气采样器。
- A.1.2.2 150℃以上电加热烟气套管。
- A.1.2.3 氟离子选择电极。
- A.1.2.4 饱和甘汞电极。
- A.1.2.5 磁力搅拌器+包覆聚乙烯或聚四氟乙烯的搅拌子。
- A.1.2.6 离子活度计或精密酸度计（0.1mV）。
- A.1.2.7 离子色谱仪。
- A.1.2.8 一般实验室仪器。

A.1.3 试剂

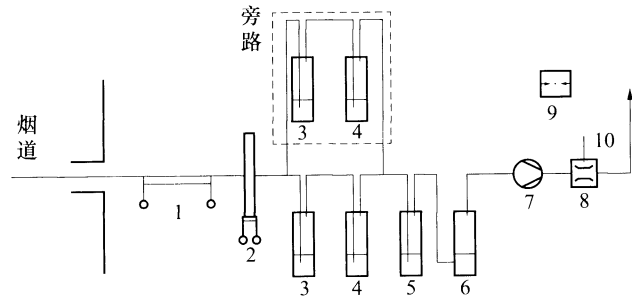
- A.1.3.1 试验所用试剂除另有说明外均为分析纯试剂，所用水应满足 GB/T 6682 中二级水的要求。如计划采用离子色谱法进行分析，则试验涉及试剂应使用优级纯，试验用水应满足 GB/T 6682 中一级水的规定并进行脱气处理后使用。
- A.1.3.2 双氧水溶液，3%：量取 50mL 30% 双氧水于 450mL 去离子水中，储存于聚乙烯瓶中。
- A.1.3.3 氢氧化钠溶液， $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$ ：称取 4g 氢氧化钠试剂溶于 1000mL 去离子水中，充分混匀后储存于聚乙烯瓶中。
- A.1.3.4 溴甲酚绿指示剂，1g/L：称取 0.1g 溴甲酚绿于研钵中，加少量 1+4 乙醇研细，移入 100mL 容量瓶，用 1+4 乙醇定容至标线。
- A.1.3.5 盐酸： $\rho=1.18\text{g/mL}$ 。
- A.1.3.6 盐酸溶液， $c(\text{HCl})=1.0\text{mol/L}$ ：取 84.0mL 盐酸（A.1.3.5），用去离子水稀释至 1000mL。
- A.1.3.7 总离子强度缓冲溶液（TISAB）：称取 73.5g 化学纯柠檬酸三钠（ $\text{Na}_3\text{C}_6\text{H}_5\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ）和 5g 化学纯硝酸钾（ KNO_3 ）溶于约 200mL 去离子水中，用 1+5 硝酸溶液调节 pH 值为 6.0，移入 250mL 容量瓶，用去离子水稀释至标线，摇匀，储存于聚乙烯瓶中备用。
- A.1.3.8 氟离子标准储备液， $c(\text{F}^-)=1\text{mg/mL}$ ：称取 1.105 0g 氟化钠（优级纯，于 110℃烘干 2h 放在干燥器中冷却至室温），用去离子水溶解，并转移至 500mL 容量瓶中，再用去离子水定容至标线，储存在聚丙烯瓶中。在冰箱内保存，临用时放至室温再用。
- A.1.3.9 氟离子标准溶液， $c(\text{F}^-)=500\mu\text{g/mL}$ ：取 50mL 氟离子标准储备液（A.1.3.8）于 100mL 容量瓶，用去离子水定容至标线，储存在聚乙烯瓶中。
- A.1.3.10 淋洗液和再生液：根据离子色谱仪所用分析柱及抑制器特性，参考仪器使用说明书，选择合

适的淋洗液和再生液。

A.1.3.11 离子色谱测定用氟离子标准工作溶液：根据实际测定的氟离子浓度范围，取不同体积氟离子标准储备液（A.1.3.8）至一组聚丙烯容量瓶，制成空白溶液和至少五个浓度水平的一组标准工作溶液，此溶液应现用现配。

A.1.4 样品采集

A.1.4.1 烟气中氟化氢的采集系统如图 A.1 所示。



1—电加热烟气套管；2—加热的石英棉过滤网；3、4—二级吸收瓶（可选装并联旁路）；5—吸收容器；
6—干燥器（内装硅胶）；7—泵；8—流量计；9—大气压力计；10—温度计

图 A.1 烟气中氟化氢的采集系统

A.1.4.2 采样应注意的事项：

- a) 采样管路直接伸入烟道，利用伴热管加热，使烟气温度保持在 150℃ 以上。
- b) 烟气采样管出口二级吸收由两个 250mL 玻璃吸收瓶串联完成，每个吸收瓶出气管为喇叭口并装有多孔玻板。采样管与吸收瓶之间的连接管，选用聚四氟乙烯管，并应尽量短。
- c) 二级吸收瓶中吸收液及其用量选择：吸收液由双氧水溶液（A.1.3.2）与氢氧化钠溶液（A.1.3.3）按 2:3 比例混合而成，每个吸收瓶中装入 50mL 吸收液。
- d) 烟气采集量：预估烟气中 HF 含量，可选择采用并联式二级吸收（即如图 A.1 中增加的旁路）。烟气采集量的确定以采到足够 HF 量，又使误差减小到适当的范围为宜，在并联式二级吸收的情况下，烟气采样流量可适当增大，一般取 5L/min~6L/min，采集 5min~30min。

A.1.4.3 烟气采样结束后，取下吸收瓶，封闭吸收瓶进出口，做好标识，送往实验室。

A.1.5 样品处理

在实验室中，将吸收瓶中样品全部转移至体积适宜的聚乙烯或聚丙烯容量瓶中，并用少量去离子水洗涤吸收瓶 3 次，连接管也用少量吸收液和去离子水洗涤，所有洗涤液并入容量瓶后，用去离子水定容，做好编号记录，同时做样品空白。

A.1.6 测量方法

A.1.6.1 氟离子选择性电极法（标准加入法）

A.1.6.1.1 吸取适量经 A.1.5 样品处理的试样于 100mL 塑料容量瓶中，往试样中加入 3 滴溴甲酚绿指示剂（A.1.3.4），用盐酸溶液（A.1.3.6）及氢氧化钠溶液（A.1.3.3）调节 pH 值，使溶液刚刚变成蓝绿色为止（此时溶液 pH 值为 5.5 左右），再加入 10mL TISAB 溶液（A.1.3.7），用去离子水稀释至标线，摇匀后静置 0.5h。

A.1.6.1.2 将静置后的试样移入塑料烧杯中，放入搅拌子，插入氟电极和甘汞电极，开动搅拌器，待读数趋于稳定后（即每分钟电极电位变化小于 0.1mV），停止搅拌，静置 1min 读取响应电位 E_1 ，立即加入

1mL 氟离子标准溶液 (A.1.3.9), 用同样方法, 待电位稳定后读取响应电位 E_2 。

A.1.6.1.3 氟离子选择电极法测试结果按式 (A.1) 计算:

$$c(\text{HF}) = \frac{1.0526 \times V_0 \times c(\text{F}^-)}{1000 \times V_g \times V_t \times \left(10^{\frac{E_1 - E_2}{S}} - 1\right)} \tag{A.1}$$

式中:

- $c(\text{HF})$ ——烟气中 HF 含量, mg/m^3 ;
- V_0 ——经 A.1.5 样品处理试样定容体积, mL;
- $c(\text{F}^-)$ ——加入试样的氟离子标准溶液浓度, $\mu\text{g}/\text{mL}$;
- V_g ——采集烟气体积 (标, 干), m^3 ;
- V_t ——试验取试样体积, mL;
- E_1 ——未加氟离子标准工作溶液时溶液响应电位, mV;
- E_2 ——加入氟离子标准工作溶液后溶液响应电位, mV;
- S ——氟电极的实测斜率;
- 1.0526——氟离子与氟化氢的换算系数。

A.1.6.2 离子色谱法

A.1.6.2.1 按照仪器操作说明准备仪器至基线平稳。根据试样中待测离子含量及分析柱性能, 选择合适的样品定量环, 确定进样体积。标准工作溶液与试样进样体积应保持一致。

A.1.6.2.2 绘制标准曲线: 分析空白溶液、氟离子标准工作溶液, 记录色谱图上出峰时间, 确定氟离子保留时间, 以氟离子浓度为横坐标, 以峰高或者峰面积为纵坐标, 绘制氟离子标准工作曲线或计算回归方程, 线性相关系数应大于 0.990 (最好 0.999 以上)。

A.1.6.2.3 取经 A.1.5 样品处理的试样, 用 $0.45\mu\text{m}$ 一次性针筒过滤器过滤试样, 在与分析标准工作溶液相同的测试条件下, 对样品空白和过滤后的试样进行分析测定, 根据氟离子标准工作曲线扣除样品空白, 确定试样氟离子浓度 (mg/L)。

A.1.6.2.4 离子色谱法测试结果按式 (A.2) 计算:

$$c(\text{HF}) = \frac{1.0526 \times C_F \times V_0}{1000 \times V_g} \tag{A.2}$$

式中:

- C_F ——离子色谱法测得试样氟离子浓度, mg/L 。

A.2 烟气中氯化氢的测定

A.2.1 方法原理

使用氢氧化钠溶液为吸收液采集脱硫系统烟气中气态氯化氢, 制备成试样。根据佛尔哈德法, 先加入过量硝酸银标准溶液, 以铁铵矾为指示剂, 用硫氰酸钾标准滴定液返滴定剩余的硝酸银标准溶液。或者利用氯离子在离子色谱分析柱上的保留特性, 实现氯离子与其他阴离子的分离, 可根据氯离子峰高或者峰面积对氯离子进行定量。

A.2.2 仪器

- A.2.2.1 烟气采样器。
- A.2.2.2 150°C 以上电加热烟气套管。
- A.2.2.3 磁力搅拌器。

A.2.2.4 离子色谱仪。

A.2.2.5 一般实验室仪器。

A.2.3 试剂

A.2.3.1 试验所用试剂除另有说明外均为分析纯试剂，所用水应满足 GB/T 6682 中二级水的要求。如计划采用离子色谱法进行分析，则试验涉及试剂应使用优级纯，试验用水应满足 GB/T 6682 中一级水的规定并进行脱气处理后使用。

A.2.3.2 双氧水溶液，3%：量取 50mL 30% 双氧水于 450mL 去离子水中，储存于聚乙烯瓶中。

A.2.3.3 氢氧化钠溶液， $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$ ：称取 4g 氢氧化钠试剂溶于 1000mL 去离子水中，充分混匀后储存于聚乙烯瓶中。

A.2.3.4 酚酞指示剂，10g/L：称取 1g 酚酞溶于 100mL 无水乙醇中。

A.2.3.5 硝酸： $\rho=1.40\text{g/mL}$ 。

A.2.3.6 氯化钠标准溶液， $c(\text{Cl}^-)=0.1\text{mg/mL}$ ：准确称取预先在 $500^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1h 的优级纯氯化钠 0.329 8g，先用少量去离子水溶解，再转移至 2000mL 容量瓶中定容至标线。

A.2.3.7 硝酸银标准溶液， $c(\text{AgNO}_3)=0.025\text{mol/L}$ ：准确称取预先在 110°C 灼烧 1h 的优级纯硝酸银 4.247 2g，先用少量去离子水溶解，再转移至 1000mL 棕色容量瓶中，用去离子水定容至标线，储存在棕色玻璃试剂瓶中。

A.2.3.8 正己醇： $\rho=0.81\text{g/mL}$ 。

A.2.3.9 硫酸铁铵饱和溶液：将过量的硫酸铁铵溶于适量去离子水中至不再溶解，加入数毫升浓硝酸去除褐色，取上层清液。

A.2.3.10 硫氰酸钾标准溶液， $c(\text{KSCN})=0.025\text{mol/L}$ ：称取 2.5g 硫氰酸钾溶于适量去离子水中，转移至 1000mL 容量瓶中，定容至标线。

标定：使用单标线移液管量取硝酸银标准溶液(A.2.3.7)10mL 放入 250mL 锥形瓶中，分别加入 50mL 去离子水，3mL 浓硝酸(A.2.3.5)及 1mL 硫酸铁铵饱和溶液(A.2.3.9)，用硫氰酸钾标准溶液滴定至溶液由乳白色变为浅橙色即为终点，至少做 3 次平行样试验。

硫氰酸钾标准溶液浓度按式(A.3)计算：

$$c(\text{KSCN}) = \frac{c(\text{AgNO}_3) \times V_A}{V_K} \quad (\text{A.3})$$

式中：

$c(\text{KSCN})$ ——硫氰酸钾标准溶液浓度，mol/L；

$c(\text{AgNO}_3)$ ——硝酸银标准溶液浓度，mol/L；

V_A ——取硝酸银标准溶液体积，mL；

V_K ——滴定消耗硫氰酸钾标准溶液体积，mL。

A.2.3.11 淋洗液和再生液：根据离子色谱仪所用分析柱及抑制器特性，参考仪器使用说明书，选择合适的淋洗液和再生液。

A.2.3.12 氯离子标准储备液， $c(\text{Cl}^-)=1\text{mg/mL}$ ：称取预先在 $500^{\circ}\text{C}\sim 600^{\circ}\text{C}$ 灼烧 1h 的优级纯氯化钠 1.6480g，溶于适量去离子水中，转移至 1000mL 容量瓶中，用去离子水稀释至标线，摇匀。储存于聚丙烯或者高密度聚乙烯瓶中， 4°C 冷藏存放。

A.2.3.13 离子色谱测定用氯离子标准工作溶液：根据实际测定的氯离子浓度范围，取不同体积氯离子标准储备液(A.2.3.12)至一组聚丙烯容量瓶，制成空白溶液和至少五个浓度水平的一组标准工作溶液，此溶液应现用现配。如同时采用离子色谱法测定烟气中氟化氢，可配制成氟离子和氯离子混合标准工作溶液。

A.2.4 样品采集

烟气中氯化氢的采集方法按 A.1.4 细节进行。

A.2.5 样品处理

烟气中氯化氢的样品处理方法按 A.1.5 细节进行。

A.2.6 测量方法

A.2.6.1 硫氰酸钾滴定法

A.2.6.1.1 吸取适量经 A.2.5 样品处理后的试样于 250mL 锥形瓶中，加去离子水至 100mL，往溶液中加入 1 滴酚酞指示剂（A.2.3.4），用浓硝酸（A.2.3.5）调至溶液红色恰好消失后再过量 5mL，用单标线移液管准确加入 5mL 氯化钠标准溶液（A.2.3.6）及 10mL 硝酸银标准溶液（A.2.3.7），放置 2min～3min。

A.2.6.1.2 向静置后的溶液中加入 2mL～5mL 正己醇（A.2.3.8），盖上表面皿，将锥形瓶放在搅拌器上快速搅拌 1min 后，加入 2mL 硫酸铁铵饱和溶液（A.2.3.9），用硫氰酸钾标准溶液（A.2.3.10）滴定至溶液由乳白色变为浅橙色即为终点。

A.2.6.1.3 硫氰酸钾滴定法测试结果按式（A.4）计算：

$$c(\text{HCl}) = \frac{36.45 \times c(\text{KSCN}) \times (V_{\text{d2}} - V_{\text{d1}}) \times V_0}{V_{\text{t}} \times V_{\text{g}}} \quad (\text{A.4})$$

式中：

$c(\text{HCl})$ ——烟气中 HCl 含量，mg/m³；

$c(\text{KSCN})$ ——硫氰酸钾标准溶液浓度，mol/L；

V_{d1} ——试样消耗滴定剂溶液体积，mL；

V_{d2} ——空白溶液消耗滴定剂溶液体积，mL；

V_0 ——经 A.2.5 样品处理试样定容体积，mL；

V_{t} ——试验取试样体积，mL；

V_{g} ——采集烟气体积（标，干），m³；

36.45——氯化氢摩尔质量。

A.2.6.2 离子色谱法

A.2.6.2.1 按照仪器操作说明准备仪器至基线平稳。根据试样中待测离子含量及分析柱性能，选择合适的样品定量环，确定进样体积。标准工作溶液与试样进样体积应保持一致。

A.2.6.2.2 绘制标准曲线：分析空白溶液、氯离子标准工作溶液，记录色谱图上出峰时间，确定氯离子保留时间，以氯离子浓度为横坐标，以峰高或者峰面积为纵坐标，绘制氯离子标准工作曲线或计算回归方程，线性相关系数应大于 0.990（最好 0.999 以上）。

A.2.6.2.3 取经 A.2.5 样品处理的试样，用 0.45μm 一次性针筒过滤器过滤试样，在与分析标准工作溶液相同的测试条件下，对样品空白和过滤后的试样进行分析测定，根据氯离子标准工作曲线扣除样品空白，确定试样氯离子浓度（mg/L）。

A.2.6.2.4 离子色谱法测试结果按式（A.5）计算：

$$c(\text{HCl}) = \frac{1.0282 \times C_{\text{Cl}} \times V_0}{1000 \times V_{\text{g}}} \quad (\text{A.5})$$

式中:

C_{Cl} ——离子色谱法测得试样氯离子浓度, mg/L;
1.028 2 ——氯化氢对氯离子的换算系数。

A.3 烟气中三氧化硫的测定 (容量滴定法)

A.3.1 方法原理

采用控制冷凝采样方法,使烟气中的三氧化硫进入螺旋吸收管立即冷凝成酸雾雾滴,利用烟气抽吸过程中在螺旋管中产生的离心力将酸雾雾滴甩到螺旋管内壁并黏附其上。采样结束后,淋洗螺旋吸收管等收集装置,收集定容洗液后采用酸碱滴定法进行测定。

A.3.2 仪器

- A.3.2.1 烟气采样器。
- A.3.2.2 250℃以上电加热烟气套管。
- A.3.2.3 50℃~95℃恒温水浴装置。
- A.3.2.4 一般实验室仪器。

A.3.3 试剂

- A.3.3.1 试验所用试剂除另有说明外均为分析纯试剂,所用水应满足 GB/T 6682 中二级水的要求。
- A.3.3.2 溴酚蓝指示剂:称取 0.05g 溴酚蓝溶于 100mL 20%乙醇溶液中。
- A.3.3.3 溴甲酚绿-甲基红混合指示剂:称取溴甲酚绿 0.1g 溶于 1.4mL 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中,可用平头玻璃棒研磨并溶于 100mL 去离子水中;称取 0.1g 甲基红溶于 3.7mL 0.1mol/L 氢氧化钠溶液中,可用平头玻璃棒研磨并溶于 100mL 去离子水中;使用时两种溶液等体积混合。
- A.3.3.4 酚酞指示剂, 10g/L 乙醇溶液:称取 1g 酚酞溶于 100mL 无水乙醇中。
- A.3.3.5 异丙醇溶液, 5%:量取 50mL 异丙醇溶于 950mL 去离子水中,储存于玻璃瓶中。
- A.3.3.6 氢氧化钠标准溶液, $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$:称取 4g 氢氧化钠试剂溶于 1000mL 无二氧化碳水中,充分混匀后储存于聚乙烯瓶中。

标定:称取于 105℃~110℃干燥至恒重的基准试剂邻苯二甲酸氢钾 0.75g (准确至 0.1mg),加 50mL 无二氧化碳水溶解,加两滴酚酞指示剂 (A.3.3.4),用配制好的氢氧化钠标准溶液滴定至溶液颜色呈粉红色,并保持 30s。同时做空白试验。

氢氧化钠标准溶液浓度按式 (A.6) 计算:

$$c(\text{NaOH}) = \frac{m \times 1000}{(V_{d1} - V_{d2}) \times M} \tag{A.6}$$

式中:

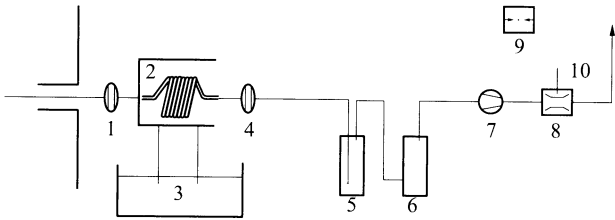
$c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准溶液浓度, mol/L;
 m ——邻苯二甲酸氢钾的质量, g;
 V_{d1} ——试样消耗氢氧化钠标准溶液体积, mL;
 V_{d2} ——空白试验消耗氢氧化钠标准溶液体积, mL;
 M ——邻苯二甲酸氢钾摩尔质量, 204.22g/mol。

- A.3.3.7 A 洗液:每 50mL 5%异丙醇溶液 (A.3.3.5) 中滴加 2 滴溴酚蓝指示剂 (A.3.3.2),用 0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液调节溶液颜色由黄色变为蓝色。
- A.3.3.8 B 洗液:每 50mL 5%异丙醇溶液 (A.3.3.5) 中滴加 2 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂 (A.3.3.3),用 0.1mol/L 氢氧化钠标准溶液 (A.3.3.6) 调节溶液颜色由酒红变为亮绿色。

A.3.3.9 双氧水溶液，3%：量取 50mL 30% 双氧水于 450mL 去离子水中，储存于聚乙烯瓶中。

A.3.4 样品采集

A.3.4.1 烟气中三氧化硫的采集系统如图 A.2 所示。



1—玻纤过滤器；2—螺旋收集管；3—热水循环；4—多孔玻纤过滤器；5—吸收容器；
6—干燥器（内装硅胶）；7—泵；8—流量计；9—大气压力计；10—温度计

图 A.2 烟气中三氧化硫的采集系统

A.3.4.2 采样应符合下列要求：

- a) 采样管路直接伸入烟道，利用伴热管，使烟气温度保持在 250℃ 以上。
- b) 螺旋收集管内径不应大于 3.0mm，螺旋管圈径宜为 85mm~90mm，总周长宜为 150cm~200cm，螺旋部分总高度要适当，不宜过高。
- c) 试验开始前，应保证螺旋收集管和玻纤过滤器清洁且干燥，必要时可使用重铬酸钾洗液浸泡、清洗固体异物残留，用去离子水洗净后，再用丙酮清洗，空气中干燥备用。
- d) 试验中螺旋收集管应一直置于热水浴中，水浴温度宜设置在 85℃~95℃。
- e) 烟气采集量：预估烟气中三氧化硫含量，烟气采集量的确定以采到足够三氧化硫量，又使误差减小到适当的范围为宜，采样体积一般在 100L 左右。为保证产生足够的离心力，烟气采样流量应适当增大，可取 10L/min。

A.3.4.3 烟气采样结束后，取下螺旋收集管及玻纤过滤器，封闭螺旋收集管及玻纤过滤器进出口，做好标识，送往实验室。

A.3.5 样品处理

在实验室中，可选用洗液 A（A.3.3.9）或者洗液 B（A.3.3.8）淋洗螺旋收集管、玻纤过滤器等收集装置，将所有淋洗液全部转移至体积适宜的容量瓶中，用淋洗液定容至标线，做好编号记录。

A.3.6 测量方法

吸取适量经 A.3.5 样品处理的试样于 250mL 锥形瓶中，加去离子水至 50mL，再用氢氧化钠标准溶液（A.3.3.6）滴定。选用洗液 A 为淋洗液，终点溶液颜色由黄色经绿色变为蓝色；选用洗液 B 为淋洗液，终点溶液颜色由红色变为亮绿色。

A.3.7 结果表示

烟气中三氧化硫测试结果按式（A.7）计算：

$$c(\text{SO}_3) = \frac{c(\text{NaOH}) \times V_{\text{NaOH}} \times \bar{V}_0 \times 40.03}{V_t \times V_g} \quad (\text{A.7})$$

式中：

- $c(\text{SO}_3)$ ——烟气中 SO_3 含量， mg/m^3 ；
- $c(\text{NaOH})$ ——氢氧化钠标准溶液浓度， mol/L ；

- V_{NaOH} ——试样消耗氢氧化钠标准溶液体积，mL；
- \bar{V}_0 ——经 A.3.5 样品处理试样定容体积，mL；
- V_t ——试验取试样体积，mL；
- V_g ——采集烟气体积（标，干）， m^3 ；
- 40.03——三氧化硫对氢氧化钠换算系数，g/mol。

A.4 烟气中浆液雾滴含量的测定（镁离子示踪法）

A.4.1 方法原理

采用等速采样使烟气通过液滴捕集器，烟气中大于一定粒径（约 $3\mu\text{m}$ ）的液滴在重力和惯性的作用下附着在捕集装置的内壁上，烟气采样的同时采集吸收塔浆液样本。以镁离子为示踪离子，采用原子吸收法检测液滴捕集器和石膏浆液液相镁离子浓度，并利用吸收塔浆液固含量计算得到浆液雾滴含量。

A.4.2 仪器

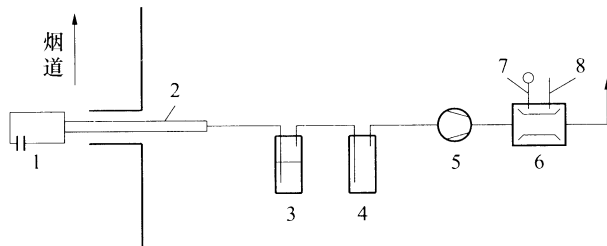
- A.4.2.1 烟气采样器。
- A.4.2.2 原子吸收分光光度计。
- A.4.2.3 真空泵及抽滤装置。
- A.4.2.4 一般实验室仪器。

A.4.3 试剂

- A.4.3.1 试验所用试剂除另有说明外均为分析纯试剂，所用水应满足 GB/T 6682 中二级水的要求。
- A.4.3.2 硝酸溶液，1+1：向 200mL 去离子水中，边搅拌边加入 200mL 浓硝酸，待溶液充分混合并冷却至室温，保存在玻璃瓶中。
- A.4.3.3 镁标准储备液， $c(\text{Mg}^{2+})=100\text{mg/L}$ ：准确称取 800°C 灼烧至恒重的光谱纯氧化镁 2.497 3g 于 100mL 烧杯中，加入 20mL 去离子水，小心滴加硝酸溶液（A.4.3.2）至完全溶解，再多加 10mL 硝酸溶液（A.4.3.2），加热煮沸，冷却后用去离子水定容至 1000mL。
- A.4.3.4 镁标准溶液， $c(\text{Mg}^{2+})=5.0\text{mg/L}$ ：准确吸取镁标准储备液（A.4.3.3）5.0mL 于 100mL 容量瓶中，加入 1mL 硝酸溶液（A.4.3.2），用去离子水稀释至标线。
- A.4.3.5 镧溶液，0.1g/mL：称取氧化镧 23.5g，用少量的硝酸溶液（A.4.3.2）溶解，蒸至近干，加 10mL 硝酸溶液（A.4.3.2）及适量去离子水，微热溶解，冷却后用去离子水定容至 200mL。

A.4.4 样品采集

A.4.4.1 烟气中浆液雾滴的采集系统及液滴捕集器的形状和尺寸分别如图 A.3 和图 A.4 所示。



1—液滴捕集器；2—采样枪；3—吸收瓶（内装 3% 双氧水溶液）；4—干燥器（内装硅胶）；
5—泵；6—流量计；7—压力计；8—温度计

图 A.3 烟气中浆液雾滴的采集系统

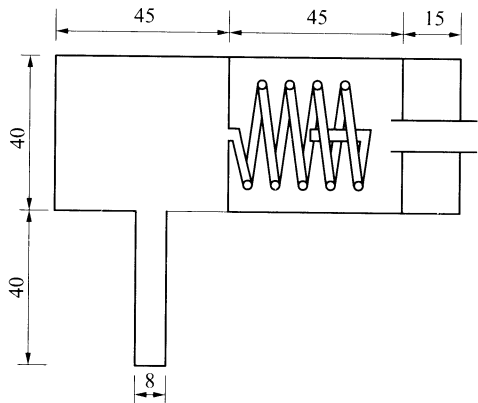


图 A.4 液滴捕集器的形状和尺寸

- A.4.4.2 采样时，应符合下列要求：
- a) 除雾器应停止水冲洗。
 - b) 液滴捕集器为玻璃材质，由两级捕集装置组成，烟气经过直径为 8mm 的采样嘴，进入直径为 40mm 的一级捕集装置，对大液滴进行捕集；然后通过直径为 6mm 绕成四圈蛇形玻璃管的二级捕集装置，对烟气中较小液滴进行捕集；最终蛇形管出口反向折回进入取样管道。
 - c) 试验前应保证捕集器清洁、干燥，必要时可用重铬酸钾洗液对捕集器进行浸泡、清洗，用去离子水冲洗干净后，105℃温度下烘干 2h，放到干燥器中冷却至室温备用。
 - d) 采气量及测量布点网格流速的确定：用标准皮托管对网格划分的测量截面上各点进行流速的测量，确定网格上各测点烟气流速，通过捕集器口径（8mm）确定抽气泵抽取速度和抽取时间。一般抽取的烟气量应使捕集器中液滴总重量不低于 0.1g 为宜。

A.4.4.3 烟气采样结束后，取下捕集器，封闭捕集器进出口，做好标识，送往实验室。

A.4.5 样品处理

A.4.5.1 在实验室中，用去离子水充分冲洗捕集器内壁，洗液收集到适宜的容量瓶中，必要时过滤，按定容体积的 1%加浓硝酸酸化，并用去离子水定容至标线，做好编号记录。

A.4.5.2 对同时段采集的吸收塔浆液进行抽滤，在滤液中加入浓硝酸至 pH 值为 1~2 保存，同时做好编号记录。

A.4.6 测量方法

A.4.6.1 制作标准曲线：根据仪器检测性能，选择波长并调节火焰至最佳工作条件。可根据表 A.1 制备镁离子标准校准液，至少配制 5 个校准溶液（不包括零点）。按表 A.1 制备标准校准液时，取镁离子标准溶液（A.4.3.4）至 50mL 容量瓶后，加入 1mL 硝酸溶液（A.4.3.2）和 1mL 镧溶液（A.4.3.5），用去离子水稀释至标线，摇匀。用减去空白的校准溶液吸光度为纵坐标，对应的校准溶液浓度为横坐标建立标准曲线。

表 A.1 镁离子标准校准液的配制

序 号	1	2	3	4	5	6	7	8
镁标准溶液体积 mL	0	0.50	1.00	2.00	3.00	4.00	5.00	6.00
定容体积 mL	50	50	50	50	50	50	50	50
镁含量 mg/L	0	0.05	0.10	0.20	0.30	0.40	0.50	0.60

A.4.6.2 准确吸取适量经 A.4.5 处理的捕集器样品和吸收塔浆液滤液样品(镁含量不超过 25μg)于 50mL 容量瓶中,加入 1mL 硝酸溶液(A.4.3.2)和 1mL 镧溶液(A.4.3.5),用去离子水稀释至标线,摇匀后测其吸光度。由镁离子标准曲线可计算得到捕集器样品和吸收塔浆液滤液样品中镁离子浓度。

A.4.6.3 吸收塔浆液固含量的测量按附录 D 进行。

A.4.7 结果表示

烟气中浆液雾滴含量测试结果按式(A.8)计算:

$$C_{yd} = \frac{C_1 \times V_d \times 10^3}{C_2 \times V_g \times \left(1 - \frac{C_x}{100}\right)} \quad (A.8)$$

式中:

- C_{yd} ——烟气中浆液雾滴含量, mg/m³;
- C_1 ——经 A.4.5 样品处理捕集器吸收定容液镁离子浓度, mg/L;
- V_d ——经 A.4.5 样品处理捕集器吸收定容液定容体积, mL;
- C_2 ——经 A.4.5 样品处理吸收塔浆液液相镁离子浓度, mg/L;
- V_g ——采集烟气体积(标,干), m³;
- C_x ——以质量分数表示的吸收塔浆液固含量,可参照 F.1.2 换算得到, %。

所有溶液密度近似取 1g/mL。

附 录 B
(规范性附录)
石膏浆液相关试验方法

B.1 pH 值测定—pH 计法

B.1.1 方法原理

以玻璃电极为指示电极，以 Ag/AgCl 等为参比电极，合在一起组成 pH 复合电极。利用 pH 复合电极电动势随氢离子活度变化而发生偏移来测定样品的 pH 值。复合电极 pH 计通常带有温度补偿装置，用以校正温度对电极的影响。为了提高测试结果的准确度，校准仪器时选用的标准缓冲溶液的 pH 值应与待测液的 pH 值接近。

由于浆液 pH 值变化很快，应在流动的浆液中测试；不具备条件时，可在现场用采样瓶采样后，立即在采样瓶中测试。

B.1.2 仪器

pH 计，精确度在 ± 0.1 以上。
pH 复合电极。

B.1.3 试剂

可购买经中国计量科学研究院检定合格的袋装 pH 值标准物质，参照说明书使用。自行配制 pH 值标准缓冲溶液时，配制方法参照 GB/T 27501。

B.1.4 测量方法

- B.1.4.1 电极应严格按使用说明书使用、保存，并在使用前、后进行清洗与处理。
- B.1.4.2 pH 计使用前应先标定。用去离子水清洗过的电极经过 pH=4.00、pH=6.86 和 pH=9.18 单点或多点校准和标定。
- B.1.4.3 测量前，用去离子水清洗电极头部，再用待测浆液清洗。
- B.1.4.4 直接在采样管出口测试流动浆液的 pH 值。
- B.1.4.5 测量后，清洗电极，按要求存放。

B.1.5 结果表示

- B.1.5.1 pH 值精确到 0.1，温度精确到 1℃。
- B.1.5.2 测试结果的表达需同时给出浆液温度。
- B.1.5.3 取两次平行测定的算术平均值为测试结果，平行测定结果的绝对差值不大于 0.2。

B.2 水溶性氯离子测定——硝酸银滴定法

B.2.1 方法原理

浆液经过滤器过滤后，取一定量的滤液，以铬酸钾为指示剂，用硝酸银标准溶液滴定。

B.2.2 仪器和试剂

试验所用试剂除另有说明外均为分析纯试剂，所用水应满足 GB/T 6682 中二级水的要求。

B.2.2.1 G3 全玻璃微孔过滤器。

注：新的过滤器使用前先用盐酸溶液（1+4）洗净，再用去离子水冲洗数次；使用后的过滤器及时在铬酸洗涤液中浸泡一夜后冲洗干净，再置于超声波清洗器中清洗。

B.2.2.2 真空抽滤装置。

B.2.2.3 抽滤瓶。

B.2.2.4 硝酸银标准溶液， $c(\text{AgNO}_3)=0.01\text{mol/L}$ ：按 GB 601—2002 中 4.21 配制与标定得到的硝酸银标准滴定溶液 $c(\text{AgNO}_3)=0.1\text{mol/L}$ 稀释制得。

B.2.2.5 铬酸钾溶液，50g/L：将 5g 铬酸钾(K_2CrO_4)溶于少量去离子水中，滴加硝酸银标准溶液(B.2.2.4)至有红色沉淀生成，静置 12h 后，过滤去除沉淀，加去离子水至 100mL。

B.2.2.6 氢氧化钠溶液， $c(\text{NaOH})=0.05\text{mol/L}$ 。

B.2.2.7 酚酞指示剂溶液，10g/L：将 1g 酚酞溶于 100mL95%或无水乙醇中。

B.2.2.8 稀硝酸溶液，1%。

B.2.3 石膏浆液样品处理

B.2.3.1 将过滤器安装在抽滤瓶上，启动真空泵。

B.2.3.2 将充分摇匀的石膏浆液实验室样品，快速倒入 100mL 的量筒中（一次性倒入 100mL 量筒内，体积不少于 50mL，量筒倒入浆液后不能再次倒入），记录浆液体积为 $V_1\text{mL}$ 。将浆液样品逐次转入过滤器中，进行抽滤。浆液全部过滤后，用少量去离子水充分洗涤过滤器。

B.2.3.3 取下过滤器，将抽滤瓶中的滤液全部转入 250mL 容量瓶中，并用少量去离子水充分洗涤抽滤瓶，洗涤液一并转入容量瓶，用去离子水将容量瓶定容至刻度，定容体积记为 V_2 。此容量瓶中的溶液称为溶液 A，用于分析液相中水溶性成分（水溶性氯化物、钙离子、镁离子、硫酸根离子等）。

B.2.4 测量方法

B.2.4.1 准确量取一定体积（记为 V_3 ，单位为 mL）的溶液 A（B.2.3.3），放入 250mL 锥形瓶中，加去离子水至 50mL，加入 1 滴酚酞指示剂溶液（B.2.2.7），用氢氧化钠溶液（B.2.2.6）调节至溶液呈红色，然后用稀硝酸溶液（B.2.2.8）调节至红色刚好褪去，加入 10 滴铬酸钾溶液（B.2.2.5），用硝酸银标准溶液（B.2.2.4）滴定至浅橘黄色，消耗的体积记为 V_5 ，单位为 mL。

B.2.4.2 用去离子水代替样品，同样的方法做空白滴定，消耗硝酸银标准溶液体积记为 V_4 ，单位为 mL。

B.2.5 结果表示

浆液中氯离子的含量 $c(\text{Cl}^-)$ （mg/L）按式（B.1）计算得出：

$$c(\text{Cl}^-) = \frac{V_2 \times (V_5 - V_4)}{V_1 \times V_3} \times c(\text{AgNO}_3) \times 35.45 \times 1000 \quad (\text{B.1})$$

式中：

$c(\text{AgNO}_3)$ ——硝酸银标准滴定溶液浓度，mol/L。

B.3 水溶性氯离子测定——电位滴定法

B.3.1 方法原理

以银复合电极为指示电极，用指示电极的电位变化代替指示剂的颜色变化指示终点，在酸性介质中，用硝酸银标准溶液对氯离子进行滴定，电位变化最大时仪器的读数即为滴定终点。

B.3.2 仪器和试剂

- B.3.2.1** 电位滴定仪。
- B.3.2.2** 银复合电极、氯复合电极或参比电极+指示电极。
- B.3.2.3** 电磁搅拌器+包覆聚四氟乙烯或玻璃的搅拌子。
- B.3.2.4** 试剂同 B.2.2.4、B.2.2.6、B.2.2.7、B.2.2.8，可根据具体的仪器说明书和待测样品浓度调整硝酸银标准溶液浓度。
- B.3.2.5** 一般实验室仪器。

B.3.3 样品处理

同 B.2.3 样品处理。

B.3.4 测量方法

- B.3.4.1** 准确量取一定体积（记为 V_3 ，单位为 mL）的溶液 A（见 B.2.3.3），放入 250mL 锥形瓶中，加去离子水至 50mL，加入 1 滴酚酞指示剂溶液（B.2.2.7），用氢氧化钠溶液（B.2.2.6）调节至溶液呈红色，然后用稀硝酸溶液（B.2.2.8）调节至红色刚好褪去。
- B.3.4.2** 连接好电位滴定仪，按照仪器使用说明书，选择仪器条件，开启电磁搅拌器，用硝酸银标准溶液滴定至终点，消耗的体积记为 V_5 ，单位为 mL。
- B.3.4.3** 用去离子水代替样品，同样的方法做空白滴定，消耗硝酸银标准溶液体积记为 V_4 ，单位为 mL。

B.3.5 结果表示

同 B.2.5。

B.4 水溶性硫酸盐测定——硫酸钡重量法

B.4.1 方法原理

在盐酸溶液中，硫酸根与加入的氯化钡反应形成硫酸钡沉淀。沉淀反应在接近沸腾的温度下进行，并在陈化一段时间之后过滤，用去离子水洗涤到无氯离子，烘干或灼烧沉淀，称硫酸钡的重量。

B.4.2 仪器和试剂

试验所用试剂除另有说明外均为分析纯试剂，所用水应满足 GB/T 6682 中二级水的要求。

- B.4.2.1** 高温炉。
- B.4.2.2** 分析天平，精确至 $\pm 0.1\text{mg}$ 以上。
- B.4.2.3** 盐酸溶液，1+1。
- B.4.2.4** 氨水溶液，1+1。
- B.4.2.5** 甲基红指示剂溶液，1g/L：将 0.1g 甲基红钠盐溶解在 100ml 无水乙醇中。
- B.4.2.6** 二水合氯化钡溶液，100g/L：将 100g 二水合氯化钡溶于约 800mL 去离子水中，加热有助于溶解，冷却溶液并稀释至 1L，储存在玻璃或聚乙烯瓶中。此溶液能长期保持稳定，1mL 可沉淀约 40mg 硫酸根。

B.4.3 样品处理及测量方法

- B.4.3.1** 准确量取一定体积（记为 V_3 ，单位为 mL）的溶液 A（见 B.2.3.3）置于 500mL 烧杯中，加 2 滴甲基红指示剂（B.4.2.5），用适量的盐酸溶液（B.4.2.3）或者氨水（B.4.2.4）调至显橙黄色，再加 2mL

盐酸 (B.4.2.3)，加去离子水使烧杯中溶液的总体积在 250mL 左右。

B.4.3.2 玻璃棒底部压一小片定量滤纸，盖上表面皿，加热煮沸，在微沸下从杯口缓慢逐滴加入 15mL 热的氯化钡溶液 (B.4.2.6)，继续微沸数分钟至沉淀良好的形成，然后在常温下静置 12h~24h 或温热处静置至少 4h，溶液体积应保持在约 200mL。用慢速定量滤纸过滤，以热去离子水洗涤，用带胶头的玻璃棒和一小片定量滤纸分别擦洗烧杯及玻璃棒，洗涤至检验无氯离子为止。

B.4.3.3 将过滤滤纸连同沉淀及擦洗用滤纸一并放入已灼烧恒量的瓷坩埚中，灰化完全后，再放入 800℃~950℃ 的高温炉内灼烧 30min，取出坩埚，置于干燥器中冷却至室温，称量。反复灼烧，直至恒重（两次称量之差不大于 0.4mg）。

B.4.4 结果表示

浆液中硫酸根离子的含量 $c(\text{SO}_4^{2-})$ (mg/L) 按式 (B.2) 计算得出：

$$c(\text{SO}_4^{2-}) = \frac{V_2}{V_1 \times V_3} \times G \times 411.6 \times 1000 \quad (\text{B.2})$$

式中：

G ——从试样中沉淀出来的硫酸钡重量，g。

B.5 水溶性钙离子和镁离子的测定——EDTA 滴定法

B.5.1 方法原理

取浆液过滤后的溶液 A，在 pH 值 12.5 以上的强碱性溶液中，以钙羧酸作指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定水溶性钙离子；在 pH≈10 时，以酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 作混合指示剂，用 EDTA 标准溶液滴定水溶性钙镁总量，用差减法求得水溶性镁离子总量。

B.5.2 试剂配制

试验所用试剂除另有说明外均为分析纯试剂，所用水应满足 GB/T 6682 中二级水的要求。

B.5.2.1 盐酸溶液，1+1。

B.5.2.2 氢氧化钾溶液，200g/L。

B.5.2.3 三乙醇胺，1+1。

B.5.2.4 氯化铵-氨水缓冲溶液 (pH≈10)：称取 67.5g 氯化铵溶于 300mL 去离子水中，加 570mL 氨水，移入 1000mL 容量瓶中，用去离子水稀释至刻度，摇匀。

B.5.2.5 乙二胺四乙酸二钠 (EDTA) 标准溶液， $c(\text{EDTA})=0.02\text{mol/L}$ ：按 GB 601 配制与标定。

B.5.2.6 钙羧酸指示剂：称取 1g 钙羧酸与 100g 经 105℃ 烘干的氯化钠，研细，混匀，保存于磨口瓶中。

B.5.2.7 铬黑 T 指示剂，5g/L 溶液：称取 0.5g 铬黑 T，溶解于 100mL 三乙醇胺溶液 (B.5.2.3) 中（使用期为半个月）。

注 1：铬黑 T 指示剂也可配成铬黑 T 干粉指示剂，称取 0.5g 铬黑 T 与 100g 氯化钠充分混合，研磨后通过 40 目~50 目筛，盛放在棕色瓶中，塞紧瓶盖。

注 2：铬黑 T 指示剂也可用酸性铬蓝 K-萘酚绿 B 做指示剂代替，其配制与使用参见 GB/T 15057.2—1994。

B.5.3 分析步骤

B.5.3.1 水溶性钙离子的测定：

准确量取一定体积（记为 V_3 ，单位为 mL）的溶液 A（见 B.2.3.3），放入 250mL 锥形瓶中，加入适量氢氧化钾溶液 (B.5.2.2)，使溶液 pH 值大于 12.5，加入少许钙羧酸指示剂 (B.5.2.7)，摇匀，用 EDTA 标准溶液 (B.5.2.6) 滴定至溶液由暗红色变为亮绿色为终点，记录消耗体积为 \bar{V}_4 ，单位为 mL。

注：由于待测液中镁离子浓度高于钙离子浓度，有时会出现镁离子包裹现象。当出现这种情况时，可按下述方法加以消除：滴定至指示剂变色后，加 1 滴~2 滴稀硝酸至 pH 值小于 10，再加入数滴稀氢氧化钾至 pH 值大于 12.5，然后继续用 EDTA 标准溶液滴定至溶液由暗红色变为亮绿色为终点。

B.5.3.2 水溶性镁离子的测定：

准确量取体积为 V_3 （与 B.5.3.1 体积相同）的溶液 A（见 B.2.3.3），放入 250mL 锥形瓶中，加入氯化铵—氨水缓冲溶液（B.5.2.4），使溶液 pH 值 \approx 10，加入几滴铬黑 T 指示剂溶液（B.5.2.8）或一小勺干粉指示剂，摇匀，用 EDTA 标准溶液（B.5.2.6）滴定至溶液由紫红色变为天蓝色为终点，记录消耗体积为 \bar{V}_4 ，单位为 mL。

B.5.4 结果表示

B.5.4.1 水溶性钙离子。水溶性钙离子的浓度 $c(\text{Ca}^{2+})$ （mg/L）按式（B.3）进行计算：

$$c(\text{Ca}^{2+}) = \frac{V_2 \times \bar{V}_4}{V_1 \times V_3} \times c(\text{EDTA}) \times 40.08 \times 1000 \tag{B.3}$$

式中：

$c(\text{EDTA})$ ——EDTA 标准溶液浓度，mol/L。

40.08——钙离子的摩尔质量。

其他符号意义同上。

B.5.4.2 水溶性镁离子。水溶性镁离子的含量 $c(\text{Mg}^{2+})$ （mg/L）通过 $\text{Ca}^{2+} + \text{Mg}^{2+}$ 总量减去测得的 Ca^{2+} 含量计算得出。按式（B.4）计算：

$$c(\text{Mg}^{2+}) = \frac{V_2 \times (\bar{V}_5 - \bar{V}_4)}{V_1 \times V_3} \times c(\text{EDTA}) \times 24.30 \times 1000 \tag{B.4}$$

式中：

24.30——镁离子的摩尔质量。

注： \bar{V}_5 、 \bar{V}_4 必须是在同一 V_3 下消耗的体积。

B.6 总亚硫酸盐测定——碘量法

B.6.1 方法原理

在酸性条件下，往试样中加入过量的碘溶液把亚硫酸盐氧化，用硫代硫酸钠标准滴定溶液返滴定过量的碘。

B.6.2 仪器和试剂

试验所用试剂除另有说明外均为分析纯试剂，所用水应满足 GB/T 6682 中二级水的要求。

B.6.2.1 碘溶液， $c(1/2\text{I}_2)=0.1\text{mol/L}$ ：称取 40gKI 溶于 200mL 去离子水中，加入 13g 碘（ I_2 ），搅拌完全溶解后，加入 1mL 盐酸（1+1），搅匀后用快速滤纸过滤，并用去离子水稀释至 1000mL，摇匀，储存于棕色瓶中。

B.6.2.2 盐酸溶液，1+1：将一份体积的浓盐酸与一份体积的去离子水混合。

B.6.2.3 淀粉溶液，10g/L：将 1g 水溶性淀粉置于烧杯中，加去离子水调成糊状后，在搅拌下加入 100mL 煮沸的去离子水，煮沸约 1min，冷却后使用。

B.6.2.4 硫代硫酸钠标准溶液， $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1\text{mol/L}$ ：按 GB 601—2002 配制与标定。

B.6.2.5 磁力搅拌器：具有调速功能，带有包着惰性材料的搅拌棒，例如聚四氟乙烯材料。

B.6.3 测量方法

B.6.3.1 往已加入碘溶液和盐酸溶液的浆液实验室样品（4.6.4）的碘量瓶中放入磁力搅拌棒，搅拌 10min，于暗处放置 5min，打开瓶塞，用去离子水冲洗瓶塞和瓶壁，用硫代硫酸钠标准溶液（B.6.1.4）滴定至浅黄色后，加入约 2mL 淀粉溶液（B.6.1.3），再继续滴定至蓝色消失，消耗的滴定液体积记为 V_{02} ，单位为 mL。

B.6.3.2 以去离子水为空白试样，按同样程序进行空白测试，消耗的滴定液体积记为 V_{01} ，单位为 mL。

B.6.4 结果表示

亚硫酸盐的含量 $c(\text{SO}_3^{2-})$ （mg/L）按式（B.5）计算：

$$c(\text{SO}_3^{2-}) = \frac{V_{01} - V_{02}}{V_{00}} \times c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_3) \times 40 \times 1000 \tag{B.5}$$

式中：

$c(\text{Na}_2\text{C}_2\text{O}_3)$ —— 硫代硫酸钠标准溶液的浓度，mol/L。

40 —— $\frac{1}{2}\text{SO}_3^{2-}$ 的摩尔质量；

V_{00} —— 样品体积，mL。

附 录 C
(规范性附录)
石灰石浆液相关试验方法

C.1 浆液密度测定——密度瓶法

C.1.1 方法原理

用已知容积的密度瓶采样，通过称量采样前后的密度瓶重量，计算得出浆液密度。

C.1.2 仪器

- C.1.2.1 密度瓶/具塞磨口试剂瓶：50mL 及以上。
- C.1.2.2 温度计：0℃～100℃，分度 0.1℃。
- C.1.2.3 干燥箱：可控温度包含 105℃～110℃；控温精度±1℃。
- C.1.2.4 天平：精确至±0.01g。
- C.1.2.5 一般实验室仪器。

C.1.3 测量方法

C.1.3.1 测量密度瓶的准确体积

将密度瓶用去离子水充分洗涤干净后，放入干燥箱中烘干，取出后冷却至室温，称重 (m_1)，连续两次称量之差应小于 0.04g。

然后用去离子水充满密度瓶，瓶内不得有气泡存在，外表面用滤纸吸干，重新称重 (m_2)，连续两次称量之差小于 0.04g。记录称重时的室温，查出该温度下去离子水的密度为 ρ_0 。

密度瓶体积 V 按式 (C.1) 计算：

$$V = \frac{m_2 - m_1}{\rho_0} \tag{C.1}$$

式中：

- V ——密度瓶容积，mL；
- m_2 ——密度瓶+去离子水质量，g；
- m_1 ——密度瓶质量，g；
- ρ_0 ——去离子水密度，kg/L。

C.1.3.2 样品采集

直接用密度瓶采样，注满密度瓶后，旋紧瓶塞，多余的浆液从瓶口溢出（瓶内不得有气泡）。

C.1.3.3 浆液密度测定

装有浆液样品 A 的密度瓶外表用水冲洗干净并用滤纸吸干后，称重为 (m_3)，连续两次称量之差小于 0.04g。

C.1.4 结果表示

C.1.4.1 浆液密度 ρ 按式 (C.2) 计算：

$$\rho = \frac{m_3 - m_1}{V} \quad (\text{C.2})$$

式中:

ρ ——浆液密度, 精确到小数点后两位, kg/L;

m_3 ——密度瓶与样品质量, g。

C.1.4.2 测试结果应同时给出采集样品时的温度, 温度精确到 1℃。

C.2 石灰石浆液细度的测定——水筛法

C.2.1 方法原理

采用 45μm 或 63μm 方孔筛 (根据系统设计需要可选用其他孔径的方孔筛) 对石灰石浆液试样进行筛析试验, 用筛上筛余物质量占浆液试样中固体总量的质量分数来表示石灰石浆液中石灰石的细度。

C.2.2 仪器

C.2.2.1 干燥箱, 控温精度 ±1℃。

C.2.2.2 分析天平, 精确至 ±0.1mg。

C.2.2.3 称量瓶。称量瓶在 105℃~110℃干燥箱内烘干 30min 后, 取出置于干燥器内, 冷却至室温, 称量。重复上述操作, 直至二次称量相差不超过 0.4mg。

C.2.2.4 45μm 或 63μm 方孔筛, 使用前用清水将筛子冲洗干净。

注: 试验筛应经常保持洁净, 筛孔通畅, 每次使用后, 试验筛要彻底清洗干净并烘干至恒重。金属框筛、铜丝网筛清洗时应用专门的清洗剂, 不可用弱酸浸泡。

C.2.2.5 一般实验室仪器。

C.2.3 测定方法

C.2.3.1 准确量取与石灰石浆液固含量分析所用的同一浆液的实验室样品, 记其体积为 V_{ls} , 倒入 45μm 或 63μm 方孔筛内, 调节水龙头水压以水在筛内不溅出为合适, 连续冲洗至筛底部出水清晰透明为止。筛毕, 将筛内石灰石粉自然晾干后小心用药匙和毛刷将筛内剩余的石灰石粉移至称量瓶, 在 105℃~110℃烘干, 冷却至室温称量。反复烘干, 直至二次质量相差不超过 0.4mg, 扣除称量瓶质量即为筛余量, 记为 R_1 。

C.2.3.2 按附录 D 测定同一实验室样品的固含量。

C.2.4 结果表示

石灰石浆液中石灰石筛余质量分数按式 (C.3) 计算:

$$F = \frac{R_1}{C_{ls} \times V_{ls}} \times 10^5 \quad (\text{C.3})$$

式中:

F ——石灰石的筛余质量分数, 结果保留一位小数, %;

R_1 ——筛余物质量, g;

C_{ls} ——石灰石浆液固含量, g/L;

V_{ls} ——石灰石浆液试样的体积, mL。

附 录 D
(规范性附录)
固含量的测定—重量法

D.1 方法原理

废水、浆液和滤液中的固体物质，系指截留在过滤器上并在一定温度下烘干至恒重的物质。

D.2 样品处理

D.2.1 此法用于测定废水或滤液悬浮物含量时，漂浮或浸没的不均匀固体物质不属于悬浮物质，应从水样中除去，但测定石灰石或石膏浆液固含量时，不受此限。

D.2.2 储存水样时不能加入任何保护剂，以防止破坏物质在固、液相间的分配平衡。

D.3 仪器

D.3.1 全玻璃微孔过滤器（G4）。

注：新的过滤器使用前先用盐酸溶液（1+4）洗净，再用去离子水冲洗数次；使用后的过滤器应及时在铬酸洗涤液中浸泡一夜后冲洗干净，再置于超声波清洗器中清洗。

D.3.2 抽滤瓶、真空泵。

D.3.3 铬酸洗涤液：称取已经研细的重铬酸钾 5g 置于 250mL 烧杯中，加去离子水 10mL 加热溶解，冷却后再慢慢加入 80mL 浓硫酸，边加边搅拌，配好的溶液为深褐色，贮于磨口塞小口瓶中密塞备用，使用时防止被水稀释。

D.4 测量方法

D.4.1 将过滤器于 105℃～110℃（石膏浆液固含量测定，烘干温度应采用 42℃～48℃）下烘干至两次称量之差不大于 0.4mg。将恒重的全玻璃微孔过滤器正确的放置于抽滤瓶上固定好，以去离子水湿润过滤器，并不断抽滤。

D.4.2 准确量取一定量充分混合均匀的实验室样品，抽吸过滤，使水分全部通过过滤器。再以每次 10mL 去离子水连续洗涤三次，继续抽滤以除去残余水分。停止抽滤后，取出载有截留物的过滤器，放在干净的托盘上，移入干燥箱中，于 105℃～110℃（石膏浆液固含量测定，烘干温度应采用 42℃～48℃）下烘干至两次称量之差不大于 0.4mg。

D.5 结果表示

固含量按式（D.1）计算：

$$c_s = \frac{(A - B) \times 10^6}{V_{ss}} \tag{D.1}$$

式中：

- c_s —— 样品中固含量，mg/L；
- A —— 截留物+过滤器重量，g；
- B —— 过滤器重量，g；
- V_{ss} —— 试样体积，mL。

附录 E
(规范性附录)
石膏硫酸盐的测定—结晶水计算法

E.1 方法原理

石膏在 230℃ 烘干时测得的结晶水近似认为是 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 中的 $2\text{H}_2\text{O}$ ，根据 $2\text{H}_2\text{O}$ 与 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的摩尔质量换算得出硫酸盐含量。

由于受脱硫石膏中亚硫酸盐等物质含量的影响，本方法的准确度随脱硫石膏中硫酸盐含量的增大而增高。建议在硫酸盐质量百分浓度为 90% 以上时使用。

E.2 结晶水测量

取干燥基石膏试样，按照 5.4 中结晶水测量方法进行测定。

E.3 结果表示

硫酸盐含量，以二水硫酸钙在干燥基石膏中所占的质量分数表示，按式 (E.1) 近似计算：

$$c(\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}) = \frac{c(\text{H}_2\text{O}) \times 1000}{20.9275} \tag{E.1}$$

式中：

- $c(\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O})$ —— 硫酸盐含量（石膏纯度），g/kg；
- $c(\text{H}_2\text{O})$ —— 以质量分数表示的试样中结晶水的含量，%；
- 20.927 5 —— 换算因子。

附 录 F
(资料性附录)
相 关 量 间 的 换 算

F.1 浆液固含量与密度换算

F.1.1 石膏浆液和石灰石浆液的密度与其固含量之间换算关系式为：

$$c_s = \frac{\rho_t - \rho_l}{1 - \frac{\rho_l}{\rho_s}} \times 10^3 \tag{F.1}$$

式中：
 c_s ——浆液固含量，g/L；
 ρ_t ——浆液在温度 $t^\circ\text{C}$ 时的密度，kg/L；
 ρ_l ——浆液中的水溶液在温度 $t^\circ\text{C}$ 时的密度，近似计算可取 1，kg/L；
 ρ_s ——浆液固体物质真密度，石灰石取值 2.60，石膏取值 2.32，kg/L。

F.1.2 以质量分数表示的固含量可用式（F.2）计算求得：

$$C_x = \frac{c_s \times 10^{-3}}{\rho_t} \times 100 \tag{F.2}$$

式中：
 C_x ——质量分数表示的固含量，%。

F.2 不同温度间密度换算

不同温度间密度的换算按式（F.3）进行：

$$\rho_t = \frac{K_t}{K_{t_0}} \times \rho_{t_0} \tag{F.3}$$

式中：
 ρ_t ——浆液在某温度 $t^\circ\text{C}$ 时的密度，kg/L；
 K_t ——浆液在某温度 $t^\circ\text{C}$ 对应的密度校正系数，由表 E.1 查出；
 ρ_{t_0} ——浆液在测试温度 $t_0^\circ\text{C}$ 条件下测得的密度，kg/L；
 K_{t_0} ——测试密度时浆液的温度 $t_0^\circ\text{C}$ 对应的密度校正系数，由表 F.1 查出。

表 F.1 浆液密度校正系数

温度 ℃	校正系数 K_t	温度 ℃	校正系数 K_t
6	1.001 74	12	1.001 29
7	1.001 70	13	1.001 17
8	1.001 65	14	1.001 00
9	1.001 58	15	1.000 90
10	1.001 50	16	1.000 74
11	1.001 40	17	1.000 57

表 F.1（续）

温度 ℃	校正系数 K_t	温度 ℃	校正系数 K_t
18	1.000 39	40	0.994 00
19	1.000 20	41	0.993 61
20	1.000 00	42	0.992 82
21	0.999 79	43	0.992 82
22	0.999 55	44	0.992 41
23	0.999 53	45	0.992 00
24	0.999 09	46	0.991 57
25	0.998 83	47	0.989 14
26	0.998 57	48	0.990 70
27	0.998 31	49	0.990 26
28	0.998 03	50	0.989 81
29	0.997 73	51	0.989 35
30	0.997 43	52	0.988 89
31	0.997 13	53	0.988 42
32	0.996 82	54	0.987 94
33	0.996 49	55	0.987 46
34	0.996 16	56	0.986 97
35	0.995 82	57	0.986 48
36	0.995 47	58	0.985 98
37	0.995 11	59	0.985 47
38	0.994 75	60	0.984 96
39	0.994 38	61	0.984 44

F.3 基的换算

干燥基与收到基结果之间的换算，按式（F.4）进行：

$$Y_{ar} = \frac{100 - M_{ar}}{100} X_d$$

(F.4)

式中：

- Y_{ar} ——收到基表示的某物质含量，单位与 X_d 相同；
- M_{ar} ——收到基水分，%；
- X_d ——干燥基表示的某物质含量。

中 华 人 民 共 和 国
电 力 行 业 标 准
石灰石-石膏湿法烟气脱硫系统
化学及物理特性试验方法
DL/T 1483 — 2015

*

中国电力出版社出版、发行
(北京市东城区北京站西街 19 号 100005 <http://www.cepp.sgcc.com.cn>)
北京九天众诚印刷有限公司印刷

*

2016 年 3 月第一版 2016 年 3 月北京第一次印刷
880 毫米×1230 毫米 16 开本 2 印张 58 千字
印数 0001—1500 册

*

统一书号 155123·2820 定价 17.00 元

敬告读者

本书封底贴有防伪标签，刮开涂层可查询真伪
本书如有印装质量问题，我社发行部负责退换

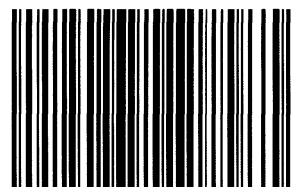
版 权 专 有 翻 印 必 究



中国电力出版社官方微信



掌上电力书屋



155123.2820

上架建议：电力工程/火力发电