

CCT

团 体 标 准

T/CCT XXX—20XX

石灰石法烟气脱硫浆液及石膏中硫酸钙的测定 滴定法

Determination of calcium sulfate in limestone flue gas desulfurization slurry
and gypsum - Titration method

（征求意见稿）

20XX—X—XX 发布

20XX—XX—X 实施

中 国 煤 炭 加 工 利 用 协 会 发 布

目 次

前言.....	II
1 范围.....	1
2 规范性引用文件.....	1
3 术语和定义.....	1
4 原理.....	1
5 试剂.....	1
6 仪器设备.....	2
7 试样预处理.....	2
8 测定步骤.....	2
9 结果计算.....	3
附录 A.....	错误!未定义书签。

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规则起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别这些专利的责任。

本文件由中国煤炭加工利用协会提出并归口。

本文件起草单位：国能包头煤化工有限责任公司

本文件主要起草人：

本文件为首次发布。

石灰石法烟气脱硫浆液及石膏中硫酸钙的测定 滴定法

1 范围

本文件规定了石灰石法烟气脱硫产生的浆液和石膏中硫酸钙测定涉及到的原理、试剂、仪器设备、试样预处理、测定步骤及结果计算等内容。

本文件适用于石灰石法烟气脱硫产生的浆液和石膏中硫酸钙的测定。

2 规范性引用文件

下列标准中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；不注日期的引用文件，其最新版本使用于本文件。

GB/T 5484 石膏化学分析方法

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石灰石法烟气脱硫 limestone flue gas desulfurization

以石灰石为主要脱硫剂，将石灰石浆液喷入吸收塔与烟气中二氧化硫发生反应以减少烟气中二氧化硫排放的脱硫方法。

3.2

收到基 as-received basis

参照 GB/T 5484 标准中的术语与定义规定的内容。

3.3

空气干燥基 dried basis

以去除附着水的石膏为基准，即以在 $50^{\circ}\text{C}\pm 5^{\circ}\text{C}$ 鼓风恒温干燥箱中干燥至恒重的石膏为基准。

4 原理

经预处理的样品中加入过氧化氢，将其中的亚硫酸盐氧化成硫酸盐后，加入氢型阳离子交换树脂将溶液中的阳离子全部交换为氢离子，交换后的流出液用高氯酸钡标准溶液滴定，用偶氮磺-III作为指示剂，滴定至溶液呈天蓝色为终点。根据消耗的高氯酸钡标准溶液的体积，计算得出样品中亚硫酸盐和硫酸盐总量，扣除亚硫酸盐含量后，即得到硫酸盐的含量。

5 试剂

5.1 三水合高氯酸钡：优级纯。

5.2 去离子水：按照 GB/T 6682 的规定执行

5.3 异丙醇：分析纯。

5.4 硫酸溶液：0.005 mol/L。移取 5.00 mL 硫酸标准溶液置于 100 mL 容量瓶中，用去离子水稀释定容。

5.5 乙醇：分析纯。

5.6 偶氮磺-III指示剂：0.1%。称取 1.000 g 偶氮磺-III指示剂溶于去离子水中，稀释定容至 1000 mL 后摇匀。

5.7 过氧化氢：质量分数为 30%。

5.8 氢型阳离子交换树脂：001×7。

6 仪器设备

6.1 真空抽滤装置：配套带有集滤瓶、真空泵、G3 砂芯滤杯。

6.2 鼓风恒温干燥箱：温度范围为室温~200℃。

6.3 磁力搅拌器：转速范围为 100~2000 rpm。

6.4 天平：精度±0.0001 g。

7 采样

按照 GB/T 6678 执行。

8 试样预处理

8.1 脱硫浆液预处理

8.1.1 将摇匀后的脱硫浆液倒入 G3 砂芯滤杯内进行抽滤，滤杯内的液位约为滤杯总高度的二分之一。

8.1.2 启动真空抽滤装置（6.1）抽滤，滤杯内液位下降后不断倒入摇匀后的脱硫浆液，并保证滤杯内液位不超过滤杯总高度的三分之二。

8.1.3 待过滤完成后关闭真空抽滤装置（6.1），取下 G3 砂芯滤杯，用洁净、轻质的勺子将试样取出，并盛入表面皿中，在（50±5）℃鼓风恒温干燥箱（6.2）中干燥至恒重。

8.2 石膏预处理

称取约 20 g 石膏放置于表面皿中，在（50±5）℃鼓风恒温干燥箱（6.2）中干燥至恒重。

9 测定步骤

9.1 高氯酸钡标准溶液的配制与标定

9.1.1 配制

准确称取 1.9516 g 三水合高氯酸钡（5.1），用 100 mL 去离子水（5.2）溶解后，加入 800 mL 异丙醇（5.3），再用去离子水稀释定容至 1000 mL，摇匀。

9.1.2 标定

移取 10 mL 硫酸溶液（5.4）置于锥形瓶中，依次加入 10 mL 乙醇（5.5）和 5 滴偶氮磺-III 指示剂（5.6）。将待标定的高氯酸钡标准溶液缓慢滴入，至溶液显蓝色为滴定终点，记录消耗的高氯酸钡标准溶液的体积为 V_1 mL，高氯酸钡标准溶液的浓度 C mol/L 计算方法如式（1）所示。

$$C \text{ (mol/L)} = \frac{0.005 \times 10}{V_1} \quad (1)$$

式中：

C —高氯酸钡标准溶液的浓度，mol/L；

V_1 —高氯酸钡标准溶液的体积，mL。

9.2 测定

9.2.1 硫酸钙（以 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 计）的测定

称取 0.2500 ± 0.0001 g 的样品（8.1 或 8.2）于烧杯中，加入 10 mL 过氧化氢（5.7），在磁力搅拌器上（6.3）以 200~250 rpm 转速搅拌 10 min 后，加入 2.5 g 氢型阳离子交换树脂（5.8），继续搅拌 10 min 后，使用中速定量滤纸（孔径 15~30 μm ）过滤。将滤液移入 250 mL 容量瓶中，使用去离子水（5.2）定容至 250 mL，摇匀。移取 10 mL 溶液倒入锥形瓶中，加入 10 mL 乙醇（5.5）后摇匀，再加入 5 滴偶氮磺-III 指示剂（5.6）摇匀，缓慢加入去离子水至溶液颜色变为紫色。然后，用 0.005 mol/L 高氯酸钡标准溶液（9.1.1）滴定至蓝色，记录消耗的高氯酸钡溶液体积为 V_2 。

同时做空白试验，空白试验除不加试样外其他操作与测定试验相同。

9.2.2 亚硫酸钙测定

按照 GB/T 5484 执行。

10 结果计算

样品中硫酸钙（以 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 计）的质量分数按式（2）计算：

$$w = \left(\frac{C \times 80.06 \times V_2 \times 0.25 \times 100}{10m} - w_1 \right) \times 1.2498 \times 2.1505 \quad (2)$$

式中：

w —硫酸钙（以 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 计）的质量分数，%；

C —高氯酸钡标准溶液的浓度，mol/L；

V_2 —消耗的高氯酸钡标准溶液的体积，mL；

m —样品的质量，g；

w_1 —亚硫酸钙（以 SO_2 计）的质量分数，%；

注：

1. 80.06- SO_3 的相对分子质量，g/mol。

2. 1.2498-亚硫酸盐的质量分数（以 SO_2 计）转换成硫酸盐（以 SO_3 计）的质量分数的系数。

3. 2.1505-硫酸盐（以 SO_3 计）的质量分数转化为 $\text{CaSO}_4 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ 的质量分数的系数。

11 重现性和再现性

硫酸钙的质量分数重现性限不高于 0.2%；再现性限不高于 0.3%。

12 测试报告

测试报告应包括下列内容：

- a) 有关样品的全部资料，例如样品名称、采样地点、采样日期、采样时间等。
 - b) 本标准编号。
 - c) 测定结果。
 - d) 测定中观察到的任何异常现象的细节及其说明。
 - e) 分析人员的姓名及分析日期等。
-