

ICS 13.030.40

J 88

备案号: 17636-2006

# DL

## 中华人民共和国电力行业标准

DL/T 998 — 2006

---

### 石灰石—石膏湿法烟气脱硫装置 性能验收试验规范

Performance test code for wet limestone gypsum flue gas desulphurization

2006-05-06 发布

2006-10-01 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 术语与定义	· 1
4 验收试验的前提条件	· 3
5 设计状态的换算	· 3
6 保证值	· 3
7 试验	· 4
8 报告的编写	· 5
9 典型系统的测点布置图	· 6
附录 A (资料性附录) 烟气中 SO <sub>3</sub> 的测定	· 7
附录 B (资料性附录) 烟气中 HF 的测定	· 9
附录 C (资料性附录) 烟气中 HCl 的测定	· 11

## 前 言

本标准是根据《国家发展改革委办公厅关于下达 2003 年行业标准项目补充计划的通知》（发改办工业〔2003〕873 号文）的要求制定的。

石灰石—石膏湿法烟气脱硫技术具有脱硫效率高、可用率高的优点，在火电厂得到了广泛的应用。为了规范该项技术的发展和应⤵用，在编写过程中结合我国实际情况，并参照了德国相关烟气净化设备的考核验收试验标准，制定本标准。

本标准的附录 A、附录 B、附录 C 是资料性附录。

本标准由中国电力企业联合会提出。

本标准由电力行业环境保护标准化技术委员会归口并解释。

本标准起草单位：西安热工研究院有限公司、国电环境保护研究所。

本标准主要起草人：丹慧杰、薛建明、何育东、陈焱、杜晓光、雷鸣、牛拥军、赵彩虹。

# 石灰石—石膏湿法烟气脱硫装置性能验收试验规范

## 1 范围

本标准规定了电站锅炉石灰石—石膏湿法烟气脱硫装置性能验收试验的内容、时间、条件和方法，也可用于为后评估及其他目的的试验。

本标准适用于电站锅炉石灰石—石膏湿法烟气脱硫装置的验收，其他烟气脱硫装置的验收也可参照执行。

在本标准中没有涉及脱硫系统中风机、泵、噪声、材料、脱硫废水方面的验收，可参考相关的标准。

## 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 3286 石灰石、白云石化学分析方法

GB/T 13931 电除尘器性能测试方法

GB/T 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法

DL/T 943 烟气湿法脱硫用石灰石粉反应速率的测定

## 3 术语与定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**石灰石—石膏湿法烟气脱硫 wet limestone/gypsum flue gas desulphurization**

吸收剂采用石灰石、脱硫副产品为石膏的脱除烟气中二氧化硫的处理工艺。

### 3.2

**性能保证值 guarantee figures**

脱硫装置在设计条件运行的情况下，其性能参数应达到的保证值。

### 3.3

**脱硫装置进口 FGD inlet**

脱硫装置入口挡板门位置上游烟道截面。

### 3.4

**脱硫装置出口 FGD outlet**

脱硫装置出口挡板门下游与主烟道交汇后截面。

### 3.5

**原烟气 raw gas**

进入脱硫装置前未经处理的烟气。

### 3.6

**净烟气 clean gas**

经脱硫装置处理后的烟气。

## 3.7

**SO<sub>2</sub> 脱除效率 SO<sub>2</sub> removal efficiency**

脱硫效率按公式 (1) 计算, 即

$$\eta = \frac{C_{\text{SO}_2\text{-rawgas}} - C_{\text{SO}_2\text{-cleangas}}}{C_{\text{SO}_2\text{-rawgas}}} \times 100\% \quad (1)$$

式中:

$C_{\text{SO}_2\text{-rawgas}}$  ——折算到标准状态、干基、6%O<sub>2</sub> 下的原烟气中 SO<sub>2</sub> 浓度;

$C_{\text{SO}_2\text{-cleangas}}$  ——折算到标准状态、干基、6%O<sub>2</sub> 下的净烟气中 SO<sub>2</sub> 浓度。

## 3.8

**SO<sub>3</sub> 脱除效率 SO<sub>3</sub> removal efficiency**

SO<sub>3</sub> 脱除效率按公式 (2) 计算, 即

$$\eta = \frac{C_{\text{SO}_3\text{-rawgas}} - C_{\text{SO}_3\text{-cleangas}}}{C_{\text{SO}_3\text{-rawgas}}} \times 100\% \quad (2)$$

式中:

$C_{\text{SO}_3\text{-rawgas}}$  ——折算到标准状态、干基、6%O<sub>2</sub> 下的原烟气中 SO<sub>3</sub> 浓度;

$C_{\text{SO}_3\text{-cleangas}}$  ——折算到标准状态、干基、6%O<sub>2</sub> 下的净烟气 SO<sub>3</sub> 浓度。

## 3.9

**脱硫石膏品质 gypsum quality**

脱硫石膏品质主要指标包括: 石膏含湿量、石膏纯度、碳酸钙含量、亚硫酸钙含量、氯离子含量。

## 3.10

**除雾器出口雾滴含量 droplet content of the outlet of the mist eliminator**

标准状况下, 除雾器出口烟气中液滴 (直径 ≥ 20 μm) 的含量 (mg/m<sup>3</sup>)。

## 3.11

**脱硫装置设计电耗 FGD design power consumption**

脱硫装置在设计工况下连续运行 7d 内的平均小时电耗 (kW)。

## 3.12

**脱硫装置设计水耗 FGD design water consumption**

脱硫装置在设计工况下连续运行 7d 内的平均小时水耗 (t/h)。

## 3.13

**脱硫装置设计石灰石耗量 FGD design limetone consumption**

脱硫装置在设计工况下连续运行 7d 内的平均小时石灰石耗量 (t/h)。

## 3.14

**脱硫装置设计压力损失 FGD design pressure drop**

脱硫装置在设计工况下连续运行, 在脱硫装置各个部分 (不包括增压风机) 的全压差之和 (Pa)。

## 3.15

**脱硫装置可用率 FGD operation availability ratio**

脱硫装置每年可用运行时间与发电机组每年总运行时间的百分比, 脱硫装置可用率按公式 (3) 计算, 即

$$\text{脱硫装置可用率} = \frac{A - B}{A} \times 100\% \quad (3)$$

式中:

- A ——发电机组每年的总运行时间；  
B ——脱硫装置每年因脱硫系统故障导致的停运时间，h。

#### 4 验收试验的前提条件

##### 4.1 测试时间

保证值验收试验应在脱硫装置 168h 运行移交 2 个月后，6 个月内的适当时间进行。

##### 4.2 稳定状态

保证值试验期间脱硫装置应处于稳定运行状态。在试验之前供货商应提供设备在验收试验期间的设定参数，业主应严格按照该参数运行。

保证值验收试验应在设计工况下至少连续运行 7d。

如果变负荷试验属于保证值验收试验项目，应单独进行该试验。

##### 4.3 对燃料和脱硫剂的要求

试验过程中燃用的煤质（特别是硫和灰含量）应在合同规定的范围内，同时石灰石的成分和活性、工艺水品质也应满足设计要求。

##### 4.4 脱硫装置入口的烟气状态

应尽可能把烟气流速、温度、粉尘含量、酸性气体浓度和其他成分调整到设计值范围内。因脱硫装置入口参数可能出现的偏差需要进行的修正方式应在试验开始前确定。

##### 4.5 旁路挡板

旁路挡板在试验期间应处于完全关闭状态。

#### 5 设计状态的换算

脱硫装置考核试验期间，脱硫装置的实际运行工况如与设计工况存在偏差，则所有的数据应换算到设计工况。换算的依据是供货商提供的实际运行工况偏离设计工况的修正曲线。

修正曲线至少应在考核试验前 30d 由供货商提供，并且经过业主确认。

供货商应提供的性能修正曲线至少包括：

- a) 脱硫效率与入口烟气量的修正曲线；
- b) 脱硫效率与入口二氧化硫浓度的修正曲线；
- c) 脱硫装置电耗与入口烟气量的修正曲线；
- d) 脱硫装置电耗与入口烟气温度的修正曲线；
- e) 脱硫装置电耗与入口二氧化硫浓度的修正曲线；
- f) 脱硫装置水耗与入口烟气量的修正曲线；
- g) 脱硫装置水耗与入口烟气温度的修正曲线；
- h) 脱硫装置石灰石耗量与入口烟气量的修正曲线；
- i) 脱硫装置石灰石耗量与入口二氧化硫浓度的修正曲线。

#### 6 保证值

石灰石石膏湿法烟气脱硫装置应验证的保证值至少有：

- a) SO<sub>2</sub> 脱除效率。
- b) 脱硫装置出口净烟气中 SO<sub>2</sub> 浓度。
- c) 脱硫装置出口净烟气中粉尘浓度。
- d) 脱硫装置出口净烟气中 HCl 和 HF 的浓度。
- e) SO<sub>3</sub> 脱除效率。
- f) 脱硫装置出口净烟气温度。

- g) 除雾器后雾滴含量。
- h) 脱硫装置压力损失。
- i) 消耗量:
  - 电耗;
  - 石灰石耗量;
  - 水耗量;
  - 蒸汽耗量。
- j) 脱硫石膏品质。
- k) 脱硫装置可用率。
- l) 脱硫设备厂商或合同规定的其他内容。

## 7 试验

### 7.1 总体要求

性能考核试验过程分为两个部分：前提条件的测试和保证值的测试。

前提条件的主要测试项目：脱硫装置入口烟气流量的测试、脱硫装置入口二氧化硫浓度测试、脱硫装置入口粉尘的测试、脱硫装置入口烟气温度的测试、石灰石的成分和活性的检测。

烟气流量的测试执行 GB/T 16157、脱硫装置入口粉尘测试执行 GB/T 13931、石灰石成分分析执行 GB/T 3286、石灰石活性分析执行 DL/T 943。

当前提条件满足脱硫装置设计范围，方可进行保证值的测试；当前提条件超过脱硫装置设计范围，应进行入口参数调整并由业主和供货商确定修正方法后，再进行保证值测试。

保证值应至少进行连续 7d 的测试。

### 7.2 性能参数测试方法

#### 7.2.1 SO<sub>2</sub> 浓度

烟道中二氧化硫浓度分布不均匀，某一点的测量值不能代表总测量截面的测试值，应采用网格法进行测试，网格布置可参照 GB/T 16157 中的测试网格布置方法。

原烟气流道：每个测点代表截面面积最大不大于 3m<sup>2</sup>。

净烟气流道：每个测点代表截面面积最大不大于 3m<sup>2</sup>。

在每个测点测量 SO<sub>2</sub> 的同时，还应测量氧浓度，将各网格点 SO<sub>2</sub> 浓度折成同一氧量下的浓度再进行算术平均，其结果为该截面 SO<sub>2</sub> 浓度值。

应采用可连续测量的物理化学原理或物理原理测量的仪器，取样管道应进行加热，加热温度应高于 150℃。

标定测量仪器应采用高纯度的合格标气。在测量期间测量仪器应采用标气进行标定，至少在测试前后各标定一次。

#### 7.2.2 烟气中 HCl、HF 和 SO<sub>3</sub> 浓度

每个测量面的测点数不少于 2 点，每个测点最少测量 3 次。测试方法参照附录 A、附录 B 和附录 C。

#### 7.2.3 净烟气粉尘浓度

在水蒸气饱和气体中、特别是有 SO<sub>3</sub> 气溶胶存在时，不宜采用光学测量仪器测量净烟气粉尘。

净烟气粉尘测量截面应为烟气水蒸气欠饱和的烟道处，否则整个烟气取样系统应进行加热。宜用填充石英棉等钛制滤筒和非黏结性滤纸进行粉尘取样，具体方法执行 GB/T 16157。

#### 7.2.4 净烟气温度

由于脱硫装置加热器的运转等因素，导致烟道入口的净烟气温度分布不均匀，应采用快速反应温度探头，按照网格法进行测试，网格布置执行 GB/T 16157。

### 7.2.5 除雾器后雾滴含量

可采用自由撞击法测量液滴的含量和尺寸。对于测量点和测量网格分布参照重力法粉尘测量技术。

### 7.2.6 压力损失

压力损失是指总压差。压力和压差可以采用液体压力计或电子微压计测量。

在大截面和气流不好的情况下可以采用靠背管(hakensonden)或笛形(staurohre)测量静压和动压。数据处理中,应考虑烟气密度变化。

### 7.2.7 脱硫装置电耗

根据合同具体要求决定测量脱硫装置总电耗和每一部分的电耗。总电耗的测量误差不应超过 $\pm 1\%$ 。在测量时应当注意相应的测量变送器的精度(最大 $\pm 0.5\%$ )。

### 7.2.8 石灰石消耗

石灰石的消耗可以用运行中标定过的测量系统(皮带秤或粉位)来测量石灰石的消耗量。

吸收剂的消耗除直接测量外,还应通过运行参数由物质平衡计算,这要求每天进行石灰石和石膏采样分析。

### 7.2.9 工艺水消耗

工艺水耗量除直接测量外也可以通过平衡计算确定,平衡计算中应考虑到烟气的量、入口烟气温度等因素。

### 7.2.10 蒸汽耗量

用孔板测量或用平衡计算。

### 7.2.11 石膏品质

试验期间,每天直接从真空皮带机尾端进行取样,每天取样不应低于一次,以7d的平均值作为最终结果。石膏成分的分析参照《VGB-M M701e 脱硫装置石膏分析》。

与保证值有关的参数:

- 石膏量;
- 剩余湿度(取样后在1h内开始测试);
- 二水硫酸钙含量;
- 半水亚硫酸钙含量;
- 碳酸钙含量;
- 氯离子含量;
- 镁离子含量。

## 8 报告的编写

测试结束后,应在1个月内提交试验报告,至少应包括:

- 脱硫装置的技术数据;
- 保证值;
- 设备工作原理的简单介绍;
- 验收试验的前提条件;
- 测点布置位置图、设备概况、截面测量中的测量网格分布;
- 所有保证值的总结;
- 带有测量仪器说明的数据处理;
- 转换到保证条件下的详细情况;
- 试验过程说明。



## 9 典型系统的测点布置图

## 9.1 典型的脱硫装置布置及测点位置（见图 1）

图 1 是关于典型脱硫装置测点位置和范围的指导性建议，并没有提出完整的要求，测点安装应适合于每个保证值测试的具体情况。

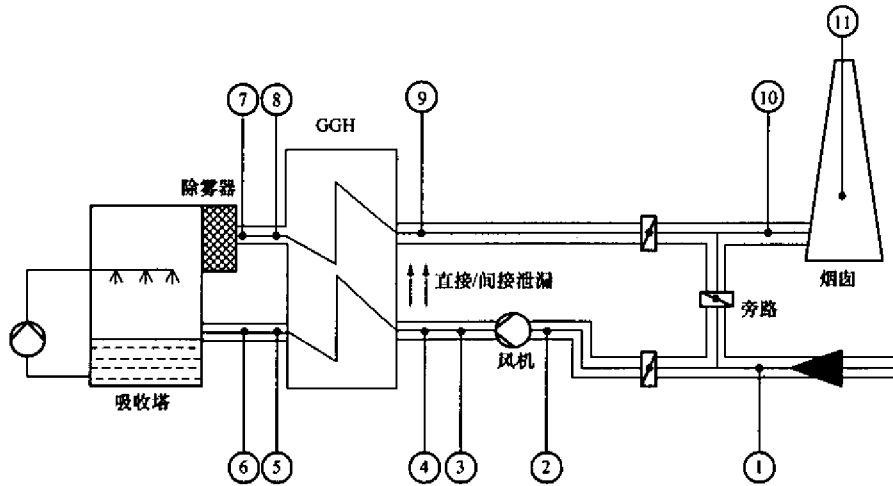


图 1 典型脱硫装置烟气系统的测点布置图

## 9.2 脱硫装置测点的测试项目（见表 1）

表 1 脱硫装置测点的测试项目

位 置	SO <sub>2</sub> 浓度	O <sub>2</sub> 浓度	H <sub>2</sub> O 含量	飞灰 含量	雾滴 含量	烟气 温度	烟气体 积流量	静压
① FGD 进口	●	●	●	●	○	●	●	●
② 未净化烟气风机上游	○	○	○	○	○	▼	▼	●
③ 未净化烟气风机下游	○	○	○	○	○	▼	○	●
④ GGH 进口（未净化）	○	○	○	○	○	●	▼	●
⑤ GGH 出口（未净化）	▼	▼	○	○	○	●	▼	●
⑥ 吸收塔入口	▼	▼	▼	▼	○	●	○	●
⑦ 吸收塔出口	●	●	●	●	●	●	○	●
⑧ GGH 进口（净化）	▼	▼	▼	▼	▼	●	○	●
⑨ GGH 出口（净化）	●	●	○	○	○	●	▼	●
⑩ FGD 出口	●	●	○	●	○	●	▼	●
⑪ 烟囱排出口测点	▼	▼	▼	▼	▼	▼	▼	▼

注：●—必须；○—不安装；▼—可选

附录 A  
(资料性附录)  
烟气中 SO<sub>3</sub> 的测定

### A.1 试验装置

- a) 烟气取样器。
- b) 电加热烟气套管(伴热管), 烟气温度保持在 150℃ 以上。
- c) 石英排出管内塞石英棉, 用以过滤固体颗粒。
- d) 玻璃蛇形收集管。
- e) 玻璃滤板(孔径  $\leq 0.63 \mu\text{m}$ )。
- f) 干燥塔(内装变色硅胶), 用于吸收水蒸气, 以保护真空泵。
- g) 真空泵(最大流量 20L/min)。
- h) 针型阀。
- i) 湿式流量计。

### A.2 试验试剂

- a) 试验用水为去离子水, 试验所用试剂纯度高于分析纯。
- b) 溴酚蓝指示剂: 称取 0.5g 溴酚蓝于 1L 20% 乙醇溶液中(称取 0.025g 溴酚蓝于 50mL 20% 乙醇溶液中)。
- c) 混合指示剂: 称取溴甲酚绿 1g 溶于 14mL NaOH (0.1mol/L) 溶液中, 可用平头玻璃棒研磨并溶于 1L 水中。另取甲基红 1g 溶于 37mL NaOH (0.1mol/L) 溶液中, 再溶于 1L 水中, 使用时两种溶液等体积混合; 称取溴甲酚绿 0.05g 溶于 0.7mL NaOH (0.1mol/L) 溶液中, 可用平头玻璃棒研磨并溶于 50mL 水中, 另取甲基红 0.050g 溶于 2mL NaOH (0.1mol/L) 溶液中, 再溶于 50mL 水中, 使用时两种溶液等体积混合。
- d) 5% 异丙醇溶液(V/V): 量取 25mL 异丙醇于 475mL 水中, 储存于玻璃瓶中。
- e) 3% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 溶液: 量取 50mL 30% H<sub>2</sub>O<sub>2</sub> 于 450mL 水中, 储存于塑料瓶中。
- f) 0.1mol/L NaOH 标准溶液: 称取 2g NaOH 试剂溶于 500mL 水(煮沸并冷却后)中, 充分混匀后储于聚乙烯瓶中, 用苯二甲酸氢钾标定: 准确称取预先在约 120℃ 干燥 1h 的苯二甲酸氢钾基准试剂 0.1g 于 300mL 烧杯中, 加入已煮沸 5min 并经中和、自然冷却的去离子水 150mL, 然后加入酚酞指示剂 2~3 滴, 以 0.1mol/L NaOH 标准溶液滴定至微红色(消耗体积为 V<sub>1</sub>), 滴定度:  $T_{\text{SO}_3} = 40.03\text{m} / (0.2042V_1)$ 。
- g) 0.5mol/L NaOH 标准溶液: 称取 10g NaOH 试剂溶于 500mL 水中(煮沸并冷却后)中, 充分混匀后储于聚乙烯瓶中, 用苯二甲酸氢钾标定准确称取预先在约 120℃ 干燥 1h 的苯二甲酸氢钾基准试剂 0.1g (m) 于 300mL 烧杯中, 加入已煮沸 5min 并经中和、放冷的水 150mL, 加入酚酞指示剂 2~3 滴, 以 NaOH 标准溶液滴定至微红色(消耗体积为 V<sub>1</sub>), 滴定度:  $T_{\text{SO}_3} = 40.03\text{m} / (0.2042V_1)$ 。

### A.3 SO<sub>3</sub> 收集管洗液

A 洗液: 每 50mL 5% 异丙醇溶液中滴加 2 滴溴酚蓝指示剂, 用 0.1mol/L NaOH 溶液调节溶液颜色由黄色变为蓝色。

B 洗液: 每 50mL 5% 异丙醇溶液中滴加 2 滴混合指示剂, 用 0.1mol/L NaOH 溶液调节溶液由酒红

至亮绿色。

#### A.4 采样流程

烟气中 SO<sub>3</sub> 采样流程见图 A.1。

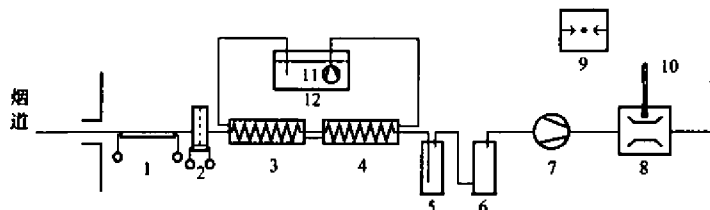


图 A.1 烟气中 SO<sub>3</sub> 采样流程

- 1—电伴热管；2—加热的石英丝毛过滤网；3、4—二级玻璃蛇形吸收管；5—吸收容器；  
6—液滴分离器；7—真空泵；8—流量计；9—大气压力计；10—温度计  
11—水力循环泵；12—水浴

#### A.5 测量过程

- a) 取样前准备：保证玻璃蛇形收集管和玻璃滤板清洁、干燥（用丙酮清洗，在空气中干燥），若玻璃滤板上有难于清洗的固体异物可用重铬酸钾处理后清洗干净；确保连接处密封（可用硅油密封）。
- b) 取样时，按下列方法使 SO<sub>3</sub> 收集管内水温不宜低于 60℃：
  - 1) 加大高温烟气流量；
  - 2) 自动水温调节装置；
  - 3) 热水循环装置。
- c) SO<sub>3</sub> 洗液用量的选取：预先估计烟气中 SO<sub>3</sub> 含量，由烟气流量来确定试剂用量的适当值（烟气流量一般取 5L/min~6L/min），以确保既采到足够的 SO<sub>3</sub> 的量，又使误差减小到适当的范围。
- b) 三氧化硫的测定：试样取完后，移开 SO<sub>3</sub> 收集管，用 80mL 洗液冲洗，定容于 100mL 容量瓶中，然后吸取适量该溶液于 100mL 烧杯中，添加水至溶液总量为 50mL，再用 NaOH 标准溶液进行滴定。

方法 A：选用 A 洗液，用 NaOH 标准溶液滴定，直至溶液颜色发生变化（由黄色经绿色到蓝色）即为终点；

方法 B：选用 B 洗液，用 NaOH 标准溶液滴定，直至溶液颜色发生变化（由红色变为亮绿色）即为终点。

#### A.6 计算

$$SO_3 = T_{SO_3} \times V_{NaOH} / V_g \quad (A.1)$$

式中：

SO<sub>3</sub>——烟气中 SO<sub>3</sub> 的含量，mg/m<sup>3</sup>；

V<sub>NaOH</sub>——消耗 NaOH 标准溶液的体积，mL；

T<sub>SO<sub>3</sub></sub>——NaOH 标准溶液对 SO<sub>3</sub> 的滴定度，mg/mL；

V<sub>g</sub>——所抽取的干燥烟气的体积（按 0℃和 760mm 汞柱修正），m<sup>3</sup>。

**附录 B**  
(资料性附录)  
**烟气中 HF 的测定**

**B.1 试验装置**

- a) 电加热烟气套管，烟气温度应保持在 150℃ 以上；
- b) 石英排出管内塞石英棉，用于过滤固体颗粒；
- c) 250mL 一级吸收瓶，内装 50mL 氟离子吸收液，出气管出口为锥形喇叭口并带有玻璃熔板以便气流分散，易于吸收；
- d) 250mL 二级吸收瓶，内装 50mL 氟离子吸收液，对气体中未被吸收的 HF 进行二次捕集；
- e) 干燥塔（内装硅胶），用于吸收水蒸气，以保护真空泵；
- f) 真空泵；
- g) 针型阀；
- h) 湿式流量计。

**B.2 试验试剂**

- a) 试验用水为去离子水，试验所用试剂纯度高于分析纯；
- b) NaOH 溶液 ( $c = 0.25\text{mol/L}$ )：称取 1g NaOH 试剂溶于 100mL 水中，储存于塑料瓶中。
- c) 硝酸溶液 (1+5)：将 20mL 硝酸加入 100mL 水中混匀。
- d) 盐酸溶液。
- e) 溴甲酚绿指示剂：1g/L 乙醇溶液。称取 0.1g 溴甲酚绿溶于 100mL 乙醇中。
- f) 氟标准储备溶液 (1mg/mL)：称取预先在 120℃ 干燥约 2h 的优级纯 NaF 1.1050g 于烧杯中，加水溶解，用水洗入 500mL 容量瓶中并稀释到刻度，摇匀，储于塑料瓶中。
- g) 氟标准工作溶液：用储备溶液分别配置 1mL 含氟 100、250 和 500  $\mu\text{g}$  的工作溶液，储于塑料瓶中备用。
- h) 总离子强度调节缓冲溶液：称取 294g 化学纯柠檬酸三钠和 20g 化学纯  $\text{KNO}_3$  溶于约 800mL 水中，用硝酸溶液 (1:5) 调节 pH 值为 6.0，再用水稀释到 1L，储于塑料瓶中备用，称取 73.5g 化学纯柠檬酸三钠和 5g 化学纯  $\text{KNO}_3$  溶于约 200mL 水中，用硝酸溶液 (1+5) 调节 pH 值为 6.0，再用水稀释到 250mL，储于塑料瓶中备用；
- i) 3%  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液：量取 50mL 30%  $\text{H}_2\text{O}_2$  于 450mL 水中，储存于塑料瓶中；
- j) NaOH 溶液 ( $c=0.1\text{mol/L}$ )：称取 2g NaOH 试剂溶于 500mL 水（煮沸并冷却后）中，充分混匀后储于聚乙烯瓶中；
- k) 氟离子吸收液：3% 的  $\text{H}_2\text{O}_2$  溶液与 0.1 mol/L NaOH 溶液按 2:3 比例混合。

**B.3 仪器设备**

- a) 电磁搅拌器；
- b) 氟离子选择性电极：测量线性范围  $10^{-1}\text{mol/L} \sim 10^{-5}\text{mol/L}$ ；
- c) 饱和甘汞电极；
- d) 离子电位差计：输入阻抗大于  $10^{11}\Omega$ ，精度 0.1mV。

## B.4 采样流程

烟气中氟化物的采样流程见图 B.1。

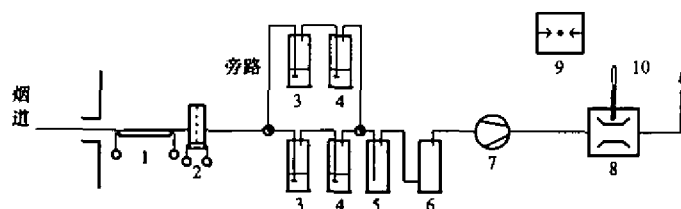


图 B.1 烟气中氟化物的采样流程

1—电伴热管；2—加热的石英丝毛过滤网；3、4—二级吸收瓶；5—吸收容器；  
6—液滴分离器；7—泵；8—流量计；9—大气压力计；10—温度计。

## B.5 测量过程

- a) HF 吸收液及稀释液用量的选取：预先估计烟气中 HF 含量，由烟气流量来确定试剂用量的适当值（烟气流量一般取 5L/min~6L/min），以确保既采到足够 HF 量，又使误差减小到适当的范围。
- b) 氟离子的测定：取下一、二级 HF 吸收瓶并将其顶部冲洗干净后，混合后移入 250mL 容量瓶中定容，吸取适量（50mL）该溶液于 100mL 容量瓶中，添加水至 85mL，往溶液中加入 3 滴溴甲酚绿指示剂，用盐酸溶液及 NaOH 溶液中和到指示剂变蓝，再加入 10mL 总离子强度调节缓冲溶液，用去离子水稀释到刻度，摇匀，放置 0.5h 后将溶液移入 100mL 烧杯中，放入搅拌子，插入氟电极和甘汞电极，开动搅拌器，待电位稳定后记录下响应电位  $E_1$ ，立即加入 1mL 氟标准溶液（500  $\mu$ g/mL），待电位稳定后记录下响应电位  $E_2$ 。

## B.6 计算

$$HF = \frac{1.0526 \times KC_s}{1000V_g \times (10^{\frac{E_1 - E_2}{S}} - 1)} \quad (\text{B.1})$$

式中：

- $HF$  ——烟气中 HF 含量， $\text{mg}/\text{m}^3$ ；  
 $C_s$  ——氟标准溶液浓度， $\mu\text{g}/\text{mL}$ ；  
 $K$  ——稀释倍数（取 5）；  
 $S$  ——氟电极的实测斜率；  
 $V_g$  ——截取烟气体积， $\text{m}^3$ 。

附录 C  
(资料性附录)  
烟气中 HCl 的测定

### C.1 试验装置

- a) 电加热烟气套管，烟气温度应继续保持在 150℃ 以上。
- b) 石英排出管内塞石英棉，用以过滤固体颗粒。
- c) 250mL 一级吸收瓶，内装 50mL 3%  $\text{H}_2\text{O}_2$  与 NaOH 的混合溶液，出气管出口为锥形喇叭口并带有玻璃熔板以便气流分散，易于吸收。
- d) 250mL 二级吸收瓶，内装 50mL 3%  $\text{H}_2\text{O}_2$  与 NaOH 的混合溶液，对气体中未被吸收的 HCl 进行二次捕集。
- e) 干燥塔（内装硅胶），用于吸收水蒸气，以保护真空泵。
- f) 真空泵。
- g) 针型阀。
- h) 湿式流量计。

### C.2 试验试剂

- a) 试验用水为去离子水，试验所用试剂纯度高于分析纯。
- b) NaF 标准溶液（氟离子浓度  $c = 0.1\text{mg/mL}$ ）：准确称取预先在 500℃~600℃ 灼烧约 1h 的优级纯 NaCl 0.3298g 溶于少量水中，再转入 2000mL 容量瓶中定容。
- c) 浓硝酸。
- d) 酚酞指示剂：10g/L 乙醇溶液，1g 酚酞溶于 100mL 乙醇中。
- e) 硫酸铁铵饱和溶液：将过量硫酸铁铵溶于适量水中至不再溶解，加入数毫升浓硝酸去除褐色，取上层清液。
- f)  $\text{AgNO}_3$  标准溶液 ( $c = 0.025\text{mol/L}$ )：准确称取预先在 110℃ 烘烤 1h 的优级纯  $\text{AgNO}_3$  4.2472g，溶于少量水中，再转入 1000mL 棕色瓶中，用去离子水稀释到刻度。
- g)  $\text{AgNO}_3$  溶液 (10g/L)：1g  $\text{AgNO}_3$  溶于 100mL 去离子水中，并加数毫升硝酸。
- h) 硫氰酸钾标准溶液 (0.025mol/L)：称取 2.5g 硫氰酸钾溶于去离子水中，再转入 1000mL 容量瓶中定容。标定：量取 10mL  $\text{AgNO}_3$  标准溶液数份，分别加入 50mL 去离子水，3mL 浓硝酸及 1mL 硫酸铁铵，用硫氰酸钾溶液滴定到溶液由乳白色变为浅橙色即为终点。

### C.3 采样流程

烟气中氯化物的采样流程见图 C.1。

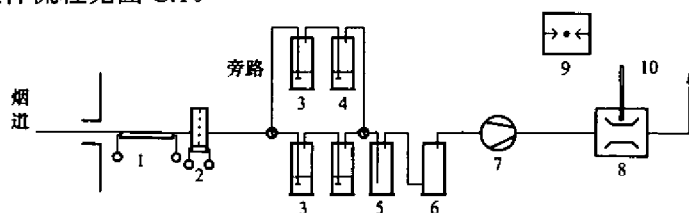


图 C.1 烟气中氯化物采样流程

- 1—电加热管；2—加热的石英丝毛过滤网；3、4—二级吸收瓶；5—吸收容器；  
6—液滴分离器；7—泵；8—流量计；9—大气压力计；10—温度计

## C.4 测量过程

- a) HCl 吸收液及稀释液用量的选取：预先估计烟气中 HCl 含量，由烟气流量来确定试剂用量的适当值（烟气流量一般取 5L/min~6L/min），以确保采到足够的 HCl 的量，又使误差减小到适当的范围。
- b) 氯离子的测定，取下一、二级 HCl 吸收瓶并将其顶部冲洗干净后，混合后移入 250mL 容量瓶中定容，吸取适量该溶液于 100mL 烧杯中，添加水至 110mL，往溶液中加入 1 滴酚酞指示剂，用浓硝酸调至溶液中红色消失，再过量 5mL，用单标记移液管准确加入 5mL NaCl 标准溶液及 10mL 硝酸银溶液，放置 2min~3min，加入 2mL~5mL 正己醇盖上表面皿，把烧杯放在磁力搅拌器上快速搅拌 1min 后，加入 2mL 硫酸铁铵溶液，用硫氰酸钾标准溶液滴定，当溶液由乳白色变为浅橙色，即为终点。

## C.5 计算

$$\text{HCl} = 36.45 \times C \times K(V_2 - V_1) / V_g \quad (\text{C.1})$$

式中：

- HCl —— 烟气中 HCl 含量，mg/m<sup>3</sup>；  
 C —— 硫氰酸钾标准溶液浓度，mol/L；  
 K —— 稀释倍数；  
 V<sub>1</sub> —— 硫氰酸钾标准溶液消耗量；  
 V<sub>2</sub> —— 空白测定时硫氰酸钾标准溶液消耗量；  
 V<sub>g</sub> —— 截取烟气体积，m<sup>3</sup>。