

ICS 27.100

F 24

备案号: 44747-2015

DB44

广东省地方标准

DB44/T 1373—2014

湿法烟气脱硫中石灰石粉 反应速率的快速测定

Fast measurement of dissolution rate of limestone used in wet flue gas
desulfurization

2014-08-18 发布

2014-11-18 实施

广东省质量技术监督局 发布

前 言

本标准按照GB/T1.1-2009给定的规则起草。

本标准由广东省质量技术监督局提出并归口。

本标准起草单位：国家石材产品质量监督检验中心（广东）。

本标准参加起草单位：广东立伟达矿业有限公司。

本标准主要起草人：黄萍、曾文庆、蔡常新、杨武、胡一飞、李建权、袁娟娟、林红兵、杜小军、丁群、葛健胜。

湿法烟气脱硫中石灰石粉反应速率的快速测定

1 范围

本标准规定了湿法烟气脱硫中石灰石粉反应速率快速测定的术语和定义、试验原理、试剂和材料、仪器与设备、试验方法与步骤、数据处理与结果表示。

本标准适用于湿法烟气脱硫中石灰石及石灰石粉反应速率的快速测定。

2 规范性引用文件

下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅所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/T 2007.1 散装矿产品取样、制样通则 手工取样方法

GB/T 2007.2 散装矿产品取样、制样通则 手工制样方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

石灰石粉反应速率 dissolution rate of limestone

石灰石或石灰石粉在酸性环境中的转化能力高低的特性。

4 试验原理

石灰石反应活性是通过对石灰石或石灰石粉与酸的反应速率进行测定，在室温下测出石灰石或石灰石粉与盐酸在五分钟内反应的质量分数。

5 试剂和材料

5.1 通则

分析过程中，应使用蒸馏水或同等纯度的水；所用试剂应为分析纯或优级纯试剂。用于标定与配制标准溶液的试剂，除另有说明外应为基准试剂或光谱纯。

5.2 0.6 mol/L CaCl₂ 试验液

取二水氯化钙（CaCl₂·2H₂O）88.2 g 溶解于 1 L 水中，滴加（3~4）滴消泡剂，并储存于密封的塑料容器中。此溶液有效期为一周。

5.3 盐酸标准滴定溶液 [C_{HCl} = 1.2 mol/L]

5.3.1 盐酸标准滴定溶液的配制：量取 110 mL 盐酸配制成 1000mL 溶液，摇匀。

DB44/T 1373—2014

5.3.2 盐酸标准滴定溶液的标定：称取 $1\text{ g} \pm 0.0001\text{ g}$ 在 $270\text{ }^{\circ}\text{C} \sim 300\text{ }^{\circ}\text{C}$ 高温炉中灼烧至恒重的工作基准试剂无水碳酸钠，溶于 50 mL 水中，加 10 滴溴甲酚绿-甲基红混合指示剂，用配制好的盐酸标准溶液滴定至溶液由绿色变为暗红色，煮沸 2 min ，冷却至室温，继续滴定至溶液再呈暗红色。同时做空白试验。

盐酸标准滴定溶液的浓度 (C_{HCl})，数值以摩尔每升 (mol/L) 表示，按式(1)计算。

$$C_{\text{HCl}} = \frac{m \times 1000}{(V_1 - V_2)M} \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m --- 无水碳酸钠的质量的准确数值，g；

V_1 --- 盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

V_2 --- 空白试验消耗的盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

M --- 无水碳酸钠的摩尔质量的数值， g/mol $\left[M\left(\frac{1}{2}\text{Na}_2\text{CO}_3\right) = 52.994 \right]$ 。

5.4 无水乙醇

含量不低于 99.5% (V/V)。

5.5 消泡剂

正辛醇。

6 仪器与设备

6.1 自动滴定仪：有恒定的 pH 值滴定模式，分辨率 0.01 pH ，滴定控制灵敏度 $\pm 0.1\text{ pH}$ 。

6.2 秒表：误差 $\pm 1\text{ s}$ 。

6.3 分析天平：精度为 0.1 mg 。

6.4 高温炉：精度为 $1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。

7 试验方法与步骤

7.1 试样的制备

7.1.1 石灰石或石灰石粉的取样按 GB/T 2007.1 进行。

7.1.2 样品的制备按 GB/T 2007.2 进行。对于大块的石灰石样品，先将样品破碎至粒度小于 5 mm ，破碎后的样品经手工混合、缩分后的试样不能小于 500 g 。再经研磨工序制成粉状后试样过 0.045 mm 方孔筛。如果是粉末状样品，试样直接过 0.045 mm 方孔筛。筛余均不应大于 10%。制备好的试样试验前要先在 $100\text{ }^{\circ}\text{C}$ 温度下干燥不小于 2 h ，再在干燥器中冷至室温。

7.2 试验步骤

7.2.1 测量并记录 CaCl_2 试验液的 pH 值，将每批试验液的 pH 值控制在 $9.7 \sim 10.3$ 之间。

7.2.2 自动滴定仪设定 pH 值为 4.0 ± 0.1 ，最大滴定速度为 60 mL/min ，最小滴定速度为 $40\text{ }\mu\text{L/min}$ 。

7.2.3 称量 $1\text{ g} \pm 0.0001\text{ g}$ 试样置于 150 mL 烧杯中。加入 1 mL 无水乙醇润湿试样。立刻量取 40 mL CaCl_2 试验液于烧杯中，插入搅拌桨，搅拌速度为 800 r/min ，搅拌均匀，确保所有的固体试样全部润湿并呈悬浮状。

7.2.4 用 1.2 mol/L 的盐酸标准滴定溶液开始滴定，滴定时保持搅拌速度恒定，5 min (300 s ± 1 s) 时记录消耗的盐酸标准滴定溶液体积 V (mL)。

8 数据处理与结果表示

8.1 数据处理

五分钟测试石灰石反应速率以 CaCO_3 质量分数计 (D_Y)，数值以%表示，按式 (2) 计算：

$$D_Y = \frac{C_{\text{HCl}} \times V \times 100.09}{m \times 2 \times 1000} \times 100 \dots\dots\dots (2)$$

式中：

D_Y --- 五分钟测试石灰石反应速率的质量分数 (以 CaCO_3 计)，%；

C_{HCl} --- 盐酸标准滴定溶液的摩尔浓度，mol/L；

V --- 滴定时间为 5min 时消耗的盐酸标准滴定溶液的体积，mL；

100.09 --- CaCO_3 的摩尔质量，g/mol；

2 --- 盐酸与 CaCO_3 反应的摩尔比；

m --- 称取的试样的质量，g。

8.2 结果表示

两次测试结果的差值不大于 0.75%，否则应重新测定。取两次测试的平均值作为测试结果，分析结果准确至小数点后两位小数。

8.3 允许误差

实验室内二次测定结果的差值和不同实验室之间的差值不应大于表 1 所列相应允许误差。

表 1 允许误差

单位：%

同一实验室允许差	不同实验室允许差
0.75	0.85

广东省地方标准
湿法烟气脱硫中石灰石粉
反应速率的快速测定
DB44/T 1373—2014

*

广东省标准化研究院组织印刷
广州市海珠区南田路 563 号 1104 室
邮政编码：510220
网址：www.bz360.org
电话：020-84250337
南方医科大学广州广卫印刷厂