

HJ

国家环境保护总局标准

HJ/T 56—2000

固定污染源排气中二氧化硫的测定 碘量法

Determination of sulphur dioxide from exhausted gas of stationary source
Iodine titration method

2000-12-07 发布

2001-03-01 实施

国家环境保护总局 发布

前 言

本标准制定了碘量法测定固定污染源排气中二氧化硫浓度及其排放总量的测定方法。制定过程中,参照了国家标准:GB/T 16157—1996《固定污染源排气中颗粒物和气态污染物采样方法》及1990年国家环保局印发的《空气和废气监测分析方法》的部分内容,并参考了国内、外有关采样器的技术指标及企业标准。

本标准由国家环境保护局科技标准司提出。

本标准由中国环境监测总站负责起草。

本标准由国家环境保护总局解释。

国家环境保护总局标准

固定污染源排气中二氧化硫的测定 碘量法

HJ/T 56—2000

Determination of sulphur dioxide from exhausted gas of stationary source
Iodine titration method

1 范围

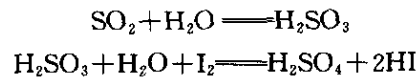
本标准规定了碘量法测定固定污染源排气中二氧化硫浓度以及测定二氧化硫排放速率的方法。

2 引用标准

下列标准所包含的条文，在本标准中引用构成本标准的条文，与本标准同效。
GB/T 16157—1996 固定污染源排气中颗粒物测定和气态污染物采样方法

3 测定方法原理、测定范围及测定误差

烟气中的二氧化硫被氨基磺酸铵混合溶液吸收，用碘标准溶液滴定。按滴定量计算二氧化硫浓度。反应式如下：



测定范围：100~6 000 mg/m³；在测定范围内，方法的批内误差不大于±6%。

4 影响因素

- 4.1 锅炉燃料在正常工况燃烧时，烟气中 H₂S 等还原性物质含量极少，对测定的影响可忽略不计。
- 4.2 吸收液中氨基磺酸铵可消除二氧化氮的影响。
- 4.3 采样管应加热至120℃，以防止二氧化硫被冷凝水吸收，使测定结果偏低。

5 仪器

- 5.1 烟气采样器
- 5.2 多孔玻板吸收瓶
- 5.3 棕色酸式滴定管
- 5.4 大气压力计
- 5.5 烟尘测试仪或能测定管道气体参数的其他测试仪

6 试剂

除特殊规定外，本标准采用试剂均为分析纯，水为去离子水或蒸馏水。

6.1 吸收液

称取 11.0 g 氨基磺酸铵, 7.0 g 硫酸铵, 溶于少量水中, 加水至 1 000 ml, 再加入 5 ml 稳定剂 (6.2), 摇匀, 贮存于玻璃瓶中, 冰箱保存。有效期三个月。

6.2 稳定剂

称取 5.0 g 乙二胺四乙酸二钠盐 (EDTA-2Na), 溶于热水, 冷却后, 加入 50 ml 异丙醇, 用水稀释至 500 ml, 贮存于玻璃瓶或聚乙烯瓶中, 冰箱保存。有效期一年。

6.3 淀粉指示剂

称取 0.20 g 可溶性淀粉, 加少量水调成糊状, 慢慢倒入 100 ml 沸水中, 继续煮沸至溶液澄清, 冷却后贮于细口瓶中。现配现用。

6.4 碘酸钾标准溶液 $c(1/6 \text{ KIO}_3)$

称取约 1.5 g 碘酸钾 (KIO_3 , 优级纯, 110°C 烘干 2h), 准确到 0.000 1 g, 溶于水, 移入 500 ml 容量瓶中, 用水稀释至标线。冰箱保存, 有效期半年。

6.5 盐酸溶液 $c(\text{HCl})=1.2 \text{ mol/L}$

量取 100 ml 浓盐酸, 用水稀释至 1 000 ml。

6.6 硫代硫酸钠溶液 $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1 \text{ mol/L}$

称取 25 g 硫代硫酸钠 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3 \cdot 5\text{H}_2\text{O}$), 溶解于 1 000 ml 新煮沸并已冷却的水中, 加 0.20 g 无水碳酸钠, 贮于棕色细口瓶中, 放置一周后标定其浓度。若溶液呈现浑浊时, 应加以过滤。冰箱保存, 有效期半年, 每月标定一次。

标定方法 吸取碘酸钾标准溶液 (6.4) 25.00 ml, 置于 250 ml 碘量瓶中, 加 70 ml 新煮沸并已冷却的水, 加 1.0 g 碘化钾, 振荡至完全溶解后, 再加入 1.2 mol/L 盐酸溶液 (6.5) 10.0 ml, 立即盖好瓶塞, 混匀。在暗处放置 5 min 后, 用硫代硫酸钠溶液 (6.6) 滴定至淡黄色, 加淀粉指示剂 (6.3) 5 ml, 继续滴定至蓝色刚好退去。按下式计算硫代硫酸钠溶液的浓度:

$$c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) = \frac{W \times 1\,000}{35.67 \times V} \times \frac{25.00}{500.0} = \frac{50 \times W}{35.67 \times V}$$

式中: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)$ ——硫代硫酸钠溶液的浓度 (mol/L);

W ——称取的碘酸钾重量 (g);

V ——滴定所用硫代硫酸钠溶液的体积 (ml);

35.67——相当 1 L 1 mol/L 硫代硫酸钠溶液 ($\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3$) 的碘酸钾 ($1/6 \text{ KIO}_3$) 的质量 (g)。

6.7 碘贮备液 $c(1/2 \text{ I}_2)=0.10 \text{ mol/L}$

称取 40.0 g 碘化钾, 12.7 g 碘 (I_2), 加少量水溶解后, 用水稀释至 1 000 ml。加三滴盐酸, 贮于棕色瓶中, 保存于暗处。每月用硫代硫酸钠溶液标定一次。

标定方法 吸取 0.10 mol/L 碘贮备液 (6.7) 25.00 ml, 用 0.10 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液 (6.6) 标定, 至溶液由红棕色变为淡黄色后, 加 2 g/L 淀粉溶液 (6.3) 5.0 ml, 继续用硫代硫酸钠溶液滴定至蓝色刚好消失为止。按下式计算碘贮备液浓度:

$$c(1/2 \text{ I}_2) = \frac{c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3) \times V}{25.00}$$

式中: $c(1/2 \text{ I}_2)$ ——碘贮备液的浓度 (mol/L);

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

V ——滴定消耗的硫代硫酸钠标准溶液体积 (ml);

25.00——滴定时取碘贮备液的体积 (ml)。

6.8 碘标准溶液 $c(1/2 \text{ I}_2)=0.010 \text{ mol/L}$

吸取 0.10 mol/L 碘贮备液 (6.7) 100.0 ml 于 1 000 ml 容量瓶中, 用水稀释至标线, 混匀。贮于棕色瓶中, 在冰箱中保存, 有效期三个月。

7 采样

7.1 采样

采样应在额定负荷或参照有关标准或规定下进行。

按照 GB/T 16157—1996 中 9.1, 9.2.1, 9.3 及 9.4.1 款的有关规定进行烟气采样, 干烟气采样量的测定及计算参见 GB/T 16157—1996 中 10.1 或 10.2 款。用两个 75 ml 多孔玻板吸收瓶串联采样, 每瓶各加入 30~40 ml 吸收液 (6.1), 以 0.5 L/min 流量采样。可在吸收瓶外用冰浴或冷水浴控制吸收液温度, 以提高吸收效率。

7.2 采样时间影响

为保证具有较高的吸收效率, 对不同烟气二氧化硫浓度, 要控制不同的采样时间。当烟气二氧化硫浓度低于 1 000 mg/m³ 时, 采样时间应在 20~30 min, 烟气浓度高于 1 000 mg/m³ 时, 采样时间应在 13~15 min。加有稳定剂 (6.2) 的吸收液 (6.1), 在测定范围内, 其吸收效率 > 96%。

7.3 采样频次

同一工况下应连续测定三次, 取平均值作为测量结果。

8 测定

采样后, 应尽快对样品进行滴定。样品放置时间不应超过 1 h。将两吸收瓶中的样品全部转入碘量瓶, 用少量吸收液 (6.1) 分别洗涤吸收瓶两次, 洗涤液亦转入碘量瓶, 摇匀。加 2 g/L 淀粉溶液 (6.3) 50 ml, 用 0.010 mol/L 碘标准溶液 (6.8) 滴定至蓝色, 记录消耗量 V (ml)。

另取相同体积吸收液 (6.1), 同法进行空白滴定, 记录消耗量 V_0 (ml)。

若烟气二氧化硫浓度较高, 可取部分吸收液进行滴定。此时, 按 9 款所列计算公式计算结果应除以部分吸收液占总吸收液的比值。

9 计算

$$c' = \frac{(V - V_0) \times c(1/2 I_2) \times 32.0}{V_{nd}} \times 1\,000$$

式中: c' ——标准状况下干烟气二氧化硫浓度 (mg/m³);

$c(1/2 I_2)$ ——碘标准溶液浓度 (mol/L);

V_{nd} ——标准状况下干烟气的采样体积 (L);

32.0——1 L 1 mol/L 碘标准溶液 (1/2 I₂) 相当的二氧化硫 (1/2 SO₂) 的质量 (g)。

10 二氧化硫排放速率的计算

10.1 排气流量的测定与计算

按照 GB/T 16157—1996 7.1~7.5 款的规定, 测量排气流速; 按照 7.6 款的规定计算标准状况下干排气流量 Q_m (m³/h)。

其中: Q_m ——标准状况下干排气流量。

10.2 二氧化硫排放速率的计算

10.2.1 二氧化硫浓度以 ppm (V/V) 表示时, 其浓度 c 可按式转化为标准状况下干烟气二氧化硫浓度:

$$c' = \frac{64}{22.4} \times c \quad (\text{mg/m}^3)$$

式中: c' ——标准状况下干烟气二氧化硫浓度 (mg/m³)。

10.2.2 二氧化硫排放速率 G 的计算

$$G = c' \times Q_{so} \times 10^{-6} \quad (\text{kg/h})$$
