

ICS 27.060.01

J 98

备案号: 53914-2016

**DL**

# 中华人民共和国电力行业标准

DL/T 1495 — 2016

---

## 火力发电厂脱硫石膏及浆液中 水溶性氟离子的测定

**Determination of water-soluble fluoride of FGD gypsum and slurry  
in thermal power plants**

2016-01-07 发布

2016-06-01 实施

---

国家能源局 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 方法原理 .....	1
5 试剂 .....	1
6 仪器与设备 .....	2
7 脱硫石膏中水溶性氟离子的测定 .....	2
8 脱硫石膏浆液中水溶性氟离子的测定 .....	2

## 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。

本标准主要起草单位：国网浙江省电力公司电力科学研究院。

本标准主要起草人：吴芳芳、钱洲亥、李海燕、乐园园、汤治、于志勇、冯礼奎、明菊兰。

本标准 2016 年 1 月 7 日首次发布。

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）。

# 火力发电厂脱硫石膏及浆液中水溶性氟离子的测定

## 1 范围

本标准规定了火力发电厂脱硫石膏及浆液中水溶性氟离子的测定方法。

本标准适用于火力发电厂脱硫石膏及浆液中水溶性氟离子的测定。本方法的检出限为 0.10mg/L。

## 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 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

## 3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

### 3.1

**石膏水溶性氟离子** **water-soluble fluoride of FGD gypsum**

脱硫石膏中能溶于水的氟化物，以氟离子计。

### 3.2

**浆液水溶性氟离子** **water-soluble fluoride of FGD slurry**

石膏浆液相中以游离态存在的氟化物，以氟离子计。

## 4 方法原理

预处理的样品，通过添加总离子强度调节缓冲液控制离子活度、掩蔽干扰离子，用氟离子选择性电极测量样品中水溶性氟离子浓度。

## 5 试剂

本标准所有试剂除另有说明外，均为分析纯级试剂，所用水不应低于 GB/T 6682 中规定的三级水的要求。

5.1 盐酸溶液（1+1）。

5.2 氢氧化钠溶液 [ $c(\text{NaOH}) = 200\text{g/L}$ ]。

5.3 总离子强度调节缓冲液可选用下列任何一种。

a) 柠檬酸钠总离子强度调节缓冲液：

将 294.1g 柠檬酸钠 ( $\text{C}_6\text{H}_5\text{Na}_3\text{O}_7 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ ) 溶于水中，用盐酸（5.1）和氢氧化钠溶液（5.2）调节溶液的 pH 值至 6.0，加水稀释至 1L。

b) 钛铁试剂总离子强度调节缓冲液：

分别称取 142g 六次甲基四胺 [ $(\text{CH}_2)_6\text{N}_4$ ]、85g 硝酸钾 ( $\text{KNO}_3$ ) 和 9.97g 钛铁试剂 ( $\text{C}_6\text{H}_4\text{Na}_2\text{O}_8\text{S}_2 \cdot 2\text{H}_2\text{O}$ )，于烧杯中加水溶解，用盐酸溶液（见 5.1）和氢氧化钠溶液（见 5.2）调节溶液 pH 值至 5~6，加水稀释至 1L。

注：按照本标准加入柠檬酸钠总离子强度调节缓冲液 [5.3 中 a)] 可络合溶液中 20mg/L 的铝并释放出氟离子；加

入钛铁试剂总离子强度调节缓冲液 [5.3 中 b)] 可络合溶液中 15mg/L 的铝并释放出氟离子。

#### 5.4 氟离子标准贮存溶液 [ $c(\text{F}^-) = 1000\text{mg/L}$ ]。

称取已于  $105^\circ\text{C} \sim 110^\circ\text{C}$  烘过 2h 的氟化钠 (NaF, 优级纯) 1.105 0g, 精确至 0.000 1g, 置于烧杯中, 加水溶解后, 移入 500mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀, 贮存于塑料瓶中。

#### 5.5 氟离子标准溶液 [ $c(\text{F}^-) = 100\text{mg/L}$ ]。

吸取 20.00mL 氟离子标准贮存溶液 (见 5.4) 于 200mL 容量瓶中, 用水定容, 摇匀, 贮存于塑料瓶中。

### 6 仪器与设备

6.1 氟离子选择性电极和饱和氯化钾甘汞电极或复合型氟离子电极。

6.2 离子计 (或酸度计): 精确至 0.1mV。

6.3 磁力搅拌器: 具备包覆聚乙烯或者聚四氟乙烯等的搅拌棒。

6.4 聚乙烯杯: 50mL。

6.5 电子天平: 精确至 0.000 1g。

### 7 脱硫石膏中水溶性氟离子的测定

脱硫石膏中水溶性氟离子的测定应按 GB/T 5484—2012 中第 30 章的规定进行。

### 8 脱硫石膏浆液中水溶性氟离子的测定

#### 8.1 脱硫石膏浆液的采集及预处理

脱硫石膏浆液应用聚乙烯瓶采集和贮存; 样品采集后应尽快过滤, 并收集过滤清液。不能及时测定时, 贮存期不应超过 7 天。

测试前应将滤液充分摇匀。滤液可用盐酸溶液 (5.1) 和氢氧化钠溶液 (5.2) 调节 pH 值至 5~6。滤液有颜色、浑浊不影响测定结果。

#### 8.2 仪器设备的准备

应按照测定仪器及电极的使用说明书进行试验准备。

#### 8.3 氟离子标准工作溶液的配制

吸取氟离子标准溶液 (5.5) 1.00、2.00、5.00、10.00、20.00mL 分别放入 100mL 容量瓶中, 用水稀释至标线, 摇匀, 贮存于塑料瓶中, 此系列氟离子标准工作溶液浓度分别为 1.00、2.00、5.00、10.0、20.0mg/L。

#### 8.4 工作曲线的绘制

8.4.1 吸取氟离子浓度为 1.00、2.00、5.00、10.0、20.0mg/L 氟离子标准工作溶液各 20.00mL, 分别放入干燥的聚乙烯杯 (见 6.4) 中。

8.4.2 分别加入 20.00mL 总离子强度调节缓冲液 (见 5.3)。

8.4.3 搅拌均匀后, 在溶液中插入电极 (见 6.1), 设定缓慢稳定的搅拌速率, 搅拌 3 min~5min, 用离子计测量溶液的平衡电位  $E$  (mV)。在每一次测量之前, 应用水冲洗电极, 并用滤纸吸干。

8.4.4 绘制氟离子浓度对数  $\lg c(\text{F}^-)$  (mg/L) 与电位  $E$  (mV) 的工作曲线。

#### 8.5 样品的测定

吸取 20.00mL 待测样品放入干燥的聚乙烯杯中, 按本标准 8.4.2、8.4.3 步骤测定。

## 8.6 结果的计算与表示

根据测定所得的电位值,从工作曲线上查得相应的以 mg/L 表示的脱硫石膏浆液中水溶性氟离子含量。

## 8.7 精密度

脱硫石膏浆液中水溶性氟离子测定结果的精密度见表 1。

表 1 脱硫石膏浆液中水溶性氟离子测定结果的精密度

脱硫石膏浆液中水溶性氟离子浓度 mg/L	重复性标准差 $S_r$ mg/L	再现性标准差 $S_R$ mg/L
≤5.00	0.02	0.35
>5.00~20.0	0.08	0.50
>20.0	0.15	2.35

中华人民共和国  
电力行业标准  
火力发电厂脱硫石膏及浆液中  
水溶性氟离子的测定  
DL/T 1495—2016

\*

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6月第一版 2016年6月北京第一次印刷  
880毫米×1230毫米 16开本 0.5印张 8千字  
印数 0001—1000册

\*

统一书号 155123·3125 定价 9.00元

敬告读者

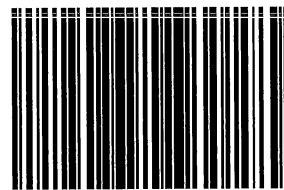
本书封底贴有防伪标签，刮开涂层可查询真伪  
本书如有印装质量问题，我社发行部负责退换  
版权专有 翻印必究



中国电力出版社官方微信



掌上电力书屋



155123.3125