

硫酸浓缩尾气硫酸雾的测定
铬酸钡比色法

UDC 628.512
:661.25
:543.432
GB 4920—85

Determination of sulphuric acid mist
in tail gas in sulphuric acid concentration
process—Barium chromate colorimetric method

本标准适用于火炸药厂硫酸浓缩尾气中硫酸雾的分析，测试范围 $100 \sim 30000 \text{ mg/m}^3$ 。

1 原理

硫酸根离子与铬酸钡作用，产生黄色铬酸根离子，根据黄色深浅比色测定。

2 仪器

除一般通用化学分析仪器外应具备：

- 2.1 无硫酸根离子的玻璃纤维滤筒。
- 2.2 烟尘测试仪：YC-1型。
- 2.2 分光光度计。

3 试剂

本标准所使用的试剂，除指明者外，均为分析纯。

3.1 铬酸钡酸性悬浊液：称25g铬酸钡（优级纯）与100 ml 1N乙酸及100 ml 0.02N盐酸混合，振摇均匀即为悬浊液。

3.2 氯化钙-氨水溶液：称取1.85克氯化钙，溶于500 ml 6N氨水中（防止二氧化碳溶入）。

3.3 硫酸标准溶液：准确称取1.777g硫酸钾（优级纯，800℃下恒重）溶于水中，稀释至1 L。此溶液1 ml相当于1.0 mg硫酸。分析时用水稀释10倍成1 ml相当于0.1 mg硫酸的标准溶液。

4 操作

4.1 工作曲线的绘制

取硫酸标准溶液，如表1配制成不同浓度的溶液，按4.2.3分析操作方法，在紫外分光光度计上，波长370 nm处，用0.5 cm比色皿测吸光度（A），以吸光度（A）为纵坐标，以硫酸含量（mg）数为横坐标，做工作曲线。

工作曲线的配制

编 号	0	1	2	3	4	5
标准溶液, ml	0.0	2.0	4.0	6.0	8.0	10.0
水, ml	10.0	8.0	6.0	4.0	2.0	0.0
硫酸含量, mg	0.0	0.2	0.4	0.6	0.8	1.0

4.2 分析

4.2.1 取出采样滤筒, 放于500 ml三角瓶中, 加100 ml蒸馏水, 瓶口上置一小漏斗, 于电热板上加热近沸约30 min。放至室温, 将浸出液过滤, 移入1000 ml容量瓶中, 并用水多次洗涤三角瓶及滤筒残渣, 最后用水稀释至刻度混匀, 此溶液为样品溶液。

4.2.2 从样品溶液中取样分析时, 应根据酸的含量不同进行稀释 (酸含量1~2 g/m³不必稀释, 5~10 g/m³稀释4倍, 20~30 g/m³稀释10倍)。吸取样品溶液1.00 ml放入100 ml三角瓶中, 加蒸馏水9.00 ml (样品溶液和蒸馏水总体积等于10.0 ml以符合工作曲线制作时的情况)。

4.2.3 加铬酸钡悬浮液5 ml, 充分摇荡3~5 min, 再加氯化钙-氨水溶液1 ml, 混合后再加95%乙醇10 ml, 摇动1 min, 冷却至室温后, 过滤 (初滤液弃去), 取滤液放于0.5 cm比色皿中, 在紫外分光光度计, 波长370 nm下进行比色。

4.2.4 取空白采样滤筒按4.2.1~4.2.3同样操作, 作为空白溶液。

5 计算

5.1 按式 (1) 计算样品的硫酸雾含量。

$$\text{硫酸雾}(\text{mg}/\text{m}^3) = \frac{a \times c}{V_{nd} \times b} \times 1000 \dots\dots\dots (1)$$

式中: a——样品溶液总体积, ml;
 b——分析时所取样品溶液体积, ml;
 c——在工作曲线上查得的相应的硫酸量, mg;
 V_{nd}——换算成标准状态下的采样体积, L。

5.2 按下式计算标准状态下的干采气体积。

$$V_{nd} = 0.577 \times Q'_r \times \sqrt{\frac{B_a + P_r}{T_r}} \times n \dots\dots\dots (2)$$

式中: V_{nd}——标准状态下的干采气体积, l;
 Q'_r——采气时流量计读数, L/min;
 n——采气时间, min;
 B_a——大气压力, mmHg;
 P_r——流量计前压力计读数, mmHg;
 T_r——流量计前烟气的绝对温度, K。

6 注意事项

6.1 样品溶液的制备: 采样前要测定烟气状态参数, 并计算等速采样在转子流量计上读数。当采样时, 采样管插入烟道内预热5 min后, 开始按规定时间 (一般为3 min) 采样, 并记录转子流量计读数、转子流量计前压力及转子流量计前烟气温度, 可在计算时使用。

6.2 采样的具体操作参见《火炸药工业硫酸浓缩污染物分析方法》编制说明。

附加说明：

本标准由原国务院环境保护领导小组提出。

本标准由兵器工业部第五设计研究院负责起草。

本标准主要起草人张齐馨、王丽娜。

本标准委托兵器工业部环境保护部门负责解释。