团体标准

发 布

中国电机工程学会

20XX—XX—XX实施

20XX—XX—XX发布

颗粒活性炭低温吸附烟气中硫容量测定方法

Test method for sulfur capacity of low-temperature flue gas granular activated carbon

（征求意见稿）

T/CSEE XXXX—YYYY

代替 T/XXXX

ICS 19.020

CCS K85

目 次

前 言 3

1 范围 4

2 规范性引用文件 4

3 术语和定义 4

4 测定原理 4

5 材料和仪器 5

6 试验条件 7

7 试样的制备 8

8 测定方法 8

9 硫容量计算方法 10

10 试验报告 11

 前 言

本文件按照《中国电机工程学会标准化管理办法》、《中国电机工程学会标准化管理办法实施细则》的要求，依据GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国电机工程学会提出。

本文件由中国电机工程学会火力发电专业委员会技术归口和解释。

本标准起草单位：

本文件主要起草人：、、、。

本文件首次发布。

本文件在执行过程中的意见或建议反馈至中国电机工程学会标准执行办公室（地址：北京市西城区白广路二条1 号，100761，网址：http：//www.csee.org.cn，邮箱：cseebz@csee.org.cn）。

颗粒活性炭低温吸附烟气中硫容量测定方法

1. 范围

本标准（或本部分或本指导性技术文件）规定了颗粒活性炭低温吸附烟气中硫容量的测定原理、测定材料和仪器、测定步骤和结果计算等内容。

本标准适用于煤粉锅炉、流化床锅炉、燃油锅炉和燃气锅炉。工业窑炉可参考执行。

1. 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。

GBT 7702.14−2008煤质颗粒活性炭试验方法硫容量的测定

GB/T 603−2002 化学试剂试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6682-2008 分析实验室用水规格和试验方法

GBT 30202.4−2013 脱硫脱硝用煤质颗粒活性炭试验方法 第4部分 脱硫值

1. 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

* 1. 饱和硫容量

在低温试验条件下，单位质量活性炭饱和吸附二氧化硫后，高温解吸二氧化硫的质量。

* 1. 穿透硫容量

在低温试验条件下，单位质量活性炭吸附二氧化硫，当透过活性炭料层的二氧化硫气体浓度达到一定值时，高温解吸二氧化硫的质量。

1. 测定原理
	1. 饱和硫容量测定原理

 经预处理的活性炭试样，在低温条件下首次吸附二氧化硫、一氧化氮、水蒸气、氧气、二氧化碳和氮气的混合气体，当二氧化硫吸附饱和后，通入氮气进行高温解吸，根据活性炭用量和二氧化硫解吸的量，计算活性炭的饱和硫容量。

* 1. 穿透硫容量测定原理

经预处理的活性炭试样，在低温条件下首次吸附二氧化硫、一氧化氮、水蒸气、氧气、二氧化碳和氮气的混合气体，当穿透活性炭试料层的二氧化硫浓度达到体积分数50×10−6时，通入氮气进行高温解吸，根据活性炭用量二氧化硫解吸的量，计算活性炭的穿透硫容量。

1. 材料和仪器
	1. 材料
		1. 氮气，纯度为99.9%。
		2. 氧气，纯度为99.9%。
		3. 二氧化硫气体，纯度为99.9%。
		4. 一氧化氮气体，纯度为99.9%。
		5. 二氧化碳气体，纯度为99.9%。
		6. 去离子水，符合GB/T 6682，三级水。
		7. 过氧化氢，配制质量分数为3%的过氧化氢溶液。
		8. 氢氧化钠标准溶液，配制c(NAOH)=0.1 mol/L的氢氧化钠标准溶液。
		9. 甲基红−亚甲基蓝混合指示剂，按GB/T 603−2002中4.1.4.7的规定制备。
	2. 仪器
		1. 电热恒温干燥箱，温度范围0℃~300℃。
		2. 脱硫值测定吸收试验装置如图1。



图1 脱硫值测定吸附试验装置示意图

说明：

①体积流量计；

②水蒸气发生瓶；

③混气罐；

④气体换热器；

⑤湿度计；

⑥测定管；

⑦恒温低温槽；

⑧烟气分析仪；

⑨吸收瓶；

⑩干燥瓶；

其中K1~K8阀门开关

* + 1. 脱硫值测定解吸试验装置如图2。



图2 脱硫值测定解吸试验装置示意图

说明：

⑪体积流量计；

⑫气体换热器

⑬测定管

⑭高温反应器；

⑮水浴箱；

⑯吸收瓶

其中K9~K10阀门开关

* + 1. 秒表，分度值0.1s。
		2. 天平，量程500g，分度值0.1g。
		3. 电子秤，量程5kg，分度值0.01g
		4. 滴定管，50mL。
		5. 吸收瓶，50mL和3L。
		6. 锥形瓶，300mL。
		7. 移液管，50mL。
1. 试验条件
	1. 饱和硫容量的吸附测定条件
		1. 二氧化硫体积分数为1000×10−6（干）；
		2. 一氧化氮体积分数为300×10−6（干）；
		3. 氧气体积分数为6.0%（干）；
		4. 二氧化碳体积分数为15.0%（干）；
		5. 气流相对湿度为90%±5%；
		6. 吸附温度为−15℃~−20℃；
		7. 体积空速为8000h−1；
		8. 炭层高度为60mm；
		9. 炭层直径为20mm。
	2. 穿透硫容量的吸附测定条件
		1. 二氧化硫体积分数为1000×10−6（干）；
		2. 一氧化氮体积分数为300×10−6（干）；
		3. 氧气体积分数为6.0%（干）；
		4. 二氧化碳体积分数为15.0%（干）；
		5. 气流相对湿度为90%±5%；
		6. 吸附温度为−15℃~−20℃；
		7. 体积空速为4000h−1；
		8. 炭层高度为60mm；
		9. 炭层直径为20mm。
		10. 二氧化硫穿透体积浓度为50×10−6 ppm。
	3. 解吸测定条件
		1. 氮气流量为5L/min（标准状态）；
		2. 解吸温度为400℃±5℃；
		3. 解吸时间为3h。
2. 试样的制备
	1. 饱和硫容量试样制备

 用四分法取一定量试样，破碎后筛选粒径粒度为1.5mm~2mm的试样，将试样置于150℃±5℃的电热恒温干燥箱内干燥2h，取出放入干燥器中冷却备用。

* 1. 穿透硫容量试样制备

用四分法取一定量试样，将试样置于150℃±5℃的电热恒温干燥箱内干燥2h，取出放入干燥器中冷却备用。

1. 测定方法
	1. 试验准备
		1. 按照示意图将仪器各部件顺次连接。
		2. 仪器连接好后进行气密检查。气密检查时打开氮气管路，对仪器提供1.3×104Pa的压力（表压），观察1min内压力下降值不大于267Pa即为密封性合格。否则应检查原因，并对气密性不佳的部件进行处理。
		3. 按式（1）和吸附条件分别计算出试验温度、试验大气压力下的氮气、氧气、二氧化碳、一氧化氮流量。根据流量计算出压差，顺次开启氮气、氧气、二氧化碳、一氧化氮，分别用阀门开关K1、K2、K3、K4和K5调节流量，测定管路系统的阻力。再按式（1）和吸附条件分别计算出试验温度、试验大气压及管道系统阻力下的氮气和氧气流量。

$q\_{N2+O2}=\frac{101.325×q\_{0}×T}{273.15×p} $ （1）

式中：

*q*N2+O2—试验条件下氮气和氧气流量，单位为升每分钟（L/min）；

101.325—标准大气压力的数值，单位为千帕（kPa）；

*q*0—标准状态下氮气和氧气流量，单位为升每分钟（L/min）；

*T*—试验温度，单位为开尔文（K）；

273.15—标准状态时温度换算系数；

*p*—试验时气体绝对压力（大气压力与规定流量下的管路阻力之和）的数值，单位为千帕（kPa）。

* 1. 测定步骤
		1. 流量的调节

按计算出的压差，顺次开启氮气、氧气、二氧化碳、一氧化氮流量，分别用活塞K1、K2、K4、K5调节流量，然后开启二氧化硫至预先校正过的压差，再用活塞K3调节二氧化硫的流量，同时启动秒表，记录试验时间。

* + 1. 水蒸气浓度的调节

调节活塞K6，使湿度计的干湿球温度至预先测定的差值，控制混合气体中水蒸气浓度。

* + 1. 二氧化硫浓度的调节和测定

分别将两个装有25mL质量分数为3%过氧化氢溶液的吸收瓶（50mL）串联，连接至混气罐出口旁路的脱硫值吸附测定试验装置。按顺序打开阀门开关K8、K6、K5、K4、K3、K2、K1，关闭K7，使不含水蒸气的混合气体以0.5L/min（标准状态下）的速度通过吸收瓶，30min后取下吸收瓶，将吸收液转移至锥形瓶，加入3~4滴甲基红−亚甲蓝混合指示剂，用0.1mol/L的氢氧化钠溶液滴定，溶液有紫色变为亮绿色即为终点。同时，作为空白试验，根据式（2）计算出二氧化硫的浓度。在整个吸附过程中，每隔0.5h测定一次浓度，测定平均值为二氧化硫的吸附浓度。

吸附时二氧化硫的浓度以体积分数*ψ*SO2计，数值以10−6表示，按式（2）计算：

$ψ\_{SO\_{2}}=\frac{11.2×10^{−3}（V−V\_{0}）c}{q\_{v}t\_{1}}$ （2）

式中：

*ψ*SO—吸附时二氧化硫的浓度，单位为10−6mol/L；

11.2—1 mol氢氧化钠相当于二氧化硫标准状态时体积的数值，单位为升每摩尔（L/mol）；

*V*—滴定吸收液消耗氢氧化钠溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

*V*0—空白试验消耗氢氧化钠溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

*c*—氢氧化钠标准溶液浓度的数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

*qv*—测定二氧化硫浓度时混合气体流量（标准状态）的数值，单位为升每分（L/min）；

*t*1—测定浓度的时间，单位为分（min）。

* + 1. 水蒸气平均浓度的测定

一段时间后关闭所有气体，将水蒸气发生瓶进出口封闭，称量（m），精确至0.01g，然后按式（3）计算水蒸气的平均浓度。

水蒸气平均浓度以$φ$H2O计，数值以%表示，按式（3）计算：

$φ\_{H2O}=\frac{[(m\_{1}−m\_{2})/M]×22.4}{\left[(m\_{1}−m\_{2})/M\right]×22.4+q\_{v−H2O}t\_{1}}$ （3）

式中：

$φ$H2O—水蒸气平均浓度，%；

*m*1—试验前水蒸气发生瓶质量的数值，单位为克（g）；

*m*2—试验后水蒸气发生瓶质量的数值，单位为克（g）；

*M*—水的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）；

22.4—标准状态下1mol气体的体积的数值，单位为升每摩尔（L/mol）；

*qv-*H*2*O—不包括水蒸气在内的氮气、氧气、二氧化硫的总流量（标准状态），单位为升每分（L/min）；

*t*1—试验时间，单位为分（min）。

* + 1. 饱和硫容量

将试料装入测定管，振实，炭层高度为20mm。称量装填前、后的测定管，计算试料质量。在试料层上盖一层玻璃棉，放入恒温低温槽内，连接至烟气分析仪。通入混合气体，调节流量至预先测定的数值，当吸附接近饱和时，测量出口二氧化硫浓度，当二氧化硫浓度等于初始浓度，并保持1h以上，认为二氧化硫吸附达到饱和。

* + 1. 穿透硫容量

将试料装入测定管，振实，炭层高度200mm。称量填装前、后的测定管，计算试料质量。在试料层上盖一层玻璃棉，放入恒温低温槽内，连接至烟气分析仪。通入混合气体，调节流量至预先测定的数值，用烟气分析仪测定透过浓度，直至透过试料层的二氧化硫浓度达到体积分数50×10−6为止，该段时间为试料在此试验条件下的二氧化硫穿透时间。

* 1. 解吸
		1. 吸附结束后，取下整个测定管，保持测定管进出口密封，将测定管转移至高温反应器内，将氮气以5L/min（标准状态）的流量通入测定管，并升温至400℃，保持3h。
		2. 解吸的气体，用两个3L的吸收瓶串联吸收，每个吸收瓶装有2L质量分数为3%的过氧化氢溶液，并在水浴箱中冷却至室温。
		3. 吸收完毕后，用水冲洗管路连同吸收液稀释至5000mL（精确至0.1mL），并混匀。
		4. 取上述溶液50mL，用0.1mol/L的氢氧化钠标准溶液滴定，计算二氧化硫吸附量。
		5. 试验完毕后，进行气密性检查。如果不密气，该次试验作废。
1. 硫容量计算方法
	1. 饱和硫容量计算方法

饱和硫容量以*S*1计，数值以毫克每克（mg/g）表示，按式（4）计算

$S\_{1}=\frac{c（V\_{1}−V\_{0}）32×100}{m}$ （4）

式中：

*S*1—饱和硫容量，单位为毫克每克（mg/g）；

*V*1—测定饱和硫容量时，滴定吸收液消耗氢氧化钠标准溶液体积的数值，单位为毫升（mL）；

32—1mmol氢氧化钠相当于二氧化硫质量的数值，单位为毫克每毫摩尔（mg/mmol）；

*m*—试料质量的数值，单位为克（g）。

* 1. 穿透硫容量计算方法

穿透硫容量以*S*2计，数值以毫克每克（mg/g）表示，按式（5）计算

$S\_{2}=\frac{c（V\_{2}−V\_{0}）32×100}{m}$ （5）

式中：

*S*2—穿透硫容量，单位为毫克每克（mg/g）;

*V*2—测定穿透硫容量时，滴定吸收液消耗氢氧化钠标准溶液体积的数值，单位为毫升（mL）。

1. 试验报告

试验报告应包含以下几个方面的内容：

1. 试样编号；
2. 采用标准；
3. 采用方法；
4. 试验项目；
5. 试验结果；
6. 试验人员；
7. 试验日期。