



中华人民共和国电力行业标准

DL / T 1990 — 2019

火电厂烟气中 SO_3 测试方法 控制冷凝法

Determination of sulfur trioxide in flue gas from thermal power plants
— Controlled condensation method

2019-06-04 发布

2019-10-01 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 采样设备..... 1

6 试剂及溶液配制 2

7 采样步骤..... 3

8 分析步骤..... 4

9 结果计算和表示 5

10 质量控制及质量保证..... 5

附录 A（规范性附录） 抽气泵采样流量和采样嘴的确定 6

附录 B（规范性附录） 水浴温度的确定..... 7

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（DL/TC 33）归口并负责解释。

本标准起草单位：国电环境保护研究院有限公司、国电南京电力试验研究有限公司、北京国电龙源环保工程有限公司、福建龙净环保股份有限公司、中国大唐集团科学技术研究院有限公司华中分公司、环境保护部环境工程评估中心、南京国电环保科技有限公司、国电江苏电力有限公司、浙江浙能技术研究院有限公司、国网新疆电力有限公司电力科学研究院。

本标准主要起草人：李军状、朱林、朱法华、段玖祥、莫华、唐坚、杨丁、汤光华、潘定立、钟洪玲、周道斌、邬琦斌、周晓湘、张国鑫、杨琳、姚杰、赵洋、郑芳、张文杰、魏晗、刘寅。

本标准为首次发布。

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）。

火电厂烟气中 SO_3 测试方法

控制冷凝法

1 范围

本标准规定了火电厂烟气中气态 SO_3 、呈气溶胶状态的硫酸雾和可溶性硫酸盐等不同形态 SO_3 测试方法。

本标准适用于火电厂烟气中 SO_3 的测试。工业、民用锅炉等固定污染源烟气中 SO_3 测试可参照本标准执行。

当采样体积为 0.5m^3 时，本标准方法检出限为 $0.30\text{mg}/\text{m}^3$ 。

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 16157 固定污染源排气中颗粒物测定与气态污染物采样方法

GB/T 27025 检测和校准实验室能力的通用要求

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本标准。

3.1

标准状态下干烟气 dry flue gas of standard condition

温度为 273.15K ，压力为 $101\ 325\text{Pa}$ 条件下不含水分的烟气。除非另有说明，本标准所指体积和浓度均为标准状态下干烟气体积和浓度。

3.2

烟气含湿量 flue gas humidity

烟气中与 1kg 干烟气共存的水气量。本标准中指湿烟气中水蒸气含量的体积百分数。

3.3

控制冷凝法 controlled condensation method

通过适宜的加热装置控制温度在 $240^\circ\text{C}\sim 260^\circ\text{C}$ 后过滤粗颗粒物，经过控制冷凝装置将烟气中的 SO_3 冷凝、捕集，并采用高氯酸钡-钍试剂滴定法分析硫酸根的 SO_3 测试方法。

4 方法原理

采用加热采样枪抽取一定量的烟气，控制温度保持在 $240^\circ\text{C}\sim 260^\circ\text{C}$ ，并过滤粗颗粒物，再通过控制冷凝装置， SO_3 冷凝形成适宜粒径的硫酸雾，在惯性碰撞作用下被捕集；未能被捕集的硫酸雾通过二级过滤器收集。用异丙醇溶液冲洗控制冷凝管、二级过滤器，并收集冲洗液。用高氯酸钡-钍试剂滴定分析冲洗液中的 SO_4^{2-} 浓度，并结合采样体积计算得出烟气中 SO_3 浓度。

5 采样设备

5.1 采样嘴

按附录 A 确定采样嘴的大小。应保证采样嘴的吸气速度与测点处的气流速度基本相等，相对误差

不超过 $\pm 15\%$ 。

5.2 采样枪

采样枪加热温度应控制在 $(250 \pm 10)^\circ\text{C}$ ，应有温度显示装置。内衬材质可用石英、耐腐蚀性能在316L 以上的不锈钢。

5.3 加热过滤器

由滤芯、加热组件和温控装置组成。滤芯宜用陶瓷材质。对于直径为 $1.0\mu\text{m}$ 的标准粒子，过滤芯的捕集效率应大于99.9%。加热温度控制在 $(200 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

5.4 加热连接管

由导气管、加热装置、保温隔热层和温控装置组成。导气管宜用聚四氟乙烯。加热温度控制在 $(130 \pm 10)^\circ\text{C}$ 。

5.5 控制冷凝管

控制冷凝管由内管和外管组成。内管为蛇形管，材质宜用玻璃。外管内径为60mm，内管内径为4mm，内管圈径为36mm，内管圈距为15mm，内管A点至B点间内管延长长度不小于2400mm，见图1。

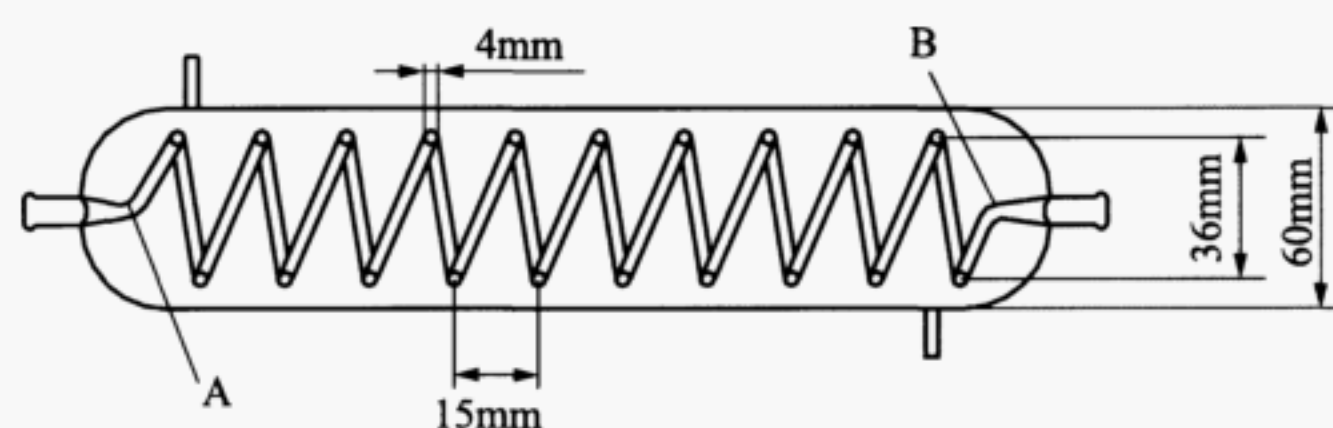


图1 控制冷凝管示意

5.6 控温水浴装置

控温水浴装置的水浴温度控制范围为 $50^\circ\text{C} \sim 90^\circ\text{C}$ ，调节精度 $\pm 1^\circ\text{C}$ 。

5.7 二级过滤器

二级过滤器材质宜选用聚四氟乙烯或石英。对于直径为 $0.3\mu\text{m}$ 的标准粒子，二级过滤器的捕集效率应大于99.5%。

5.8 抽气泵

泵流量应在 $6\text{L}/\text{min} \sim 15\text{L}/\text{min}$ 范围内可调，并带有流量计前的温度、压力测量功能。

5.9 流量计

用于计量采样流量，应具备测量采样瞬时流量和累积流量的功能，误差应不超过 $\pm 2.0\%$ 。

5.10 干燥器

采样烟气的除湿装置，设置在流量计前。

6 试剂及溶液配制

6.1 三水合高氯酸钡 $[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2 \cdot 3\text{H}_2\text{O}]$ ：优级纯。

- 6.2 异丙醇: $\rho[(\text{CH}_3)_2\text{CHOH}] = 0.79\text{g/mL}$ 。
- 6.3 氢氧化钠 (NaOH)。
- 6.4 高氯酸: $\rho(\text{HClO}_4) = 1.76\text{g/mL}$ 。
- 6.5 冰乙酸: $\rho(\text{CH}_3\text{COOH}) = 1.05\text{g/mL}$ 。
- 6.6 乙酸酐: $\rho(\text{C}_4\text{H}_6\text{O}_3) = 1.08\text{g/mL}$ 。
- 6.7 钼试剂 ($\text{C}_{16}\text{H}_{11}\text{AsN}_2\text{Na}_2\text{O}_{10}\text{S}_2$): 优级纯。
- 6.8 丙酮: $\rho(\text{CH}_3\text{COCH}_3) = 0.78\text{g/mL}$ 。
- 6.9 重铬酸钾 ($\text{K}_2\text{Cr}_2\text{O}_7$)。
- 6.10 浓硫酸: $\rho(\text{H}_2\text{SO}_4) = 1.84\text{g/mL}$ 。
- 6.11 异丙醇溶液: 4+1。量取 800mL 异丙醇 (6.2), 加入到 200mL 水中。现用现配。
- 6.12 高氯酸钡标准贮备液: $\rho[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2] = 0.10\text{mol/L}$ 。称取 3.9027g 三水合高氯酸钡 (6.1), 溶于 20mL 水中, 用异丙醇溶液 (6.2) 稀释, 定容至 100mL。(0~4)℃可保存 6 个月。
- 6.13 高氯酸钡标准使用液: $\rho[\text{Ba}(\text{ClO}_4)_2] = 0.001\text{mol/L}$ 。移取 1.00mL 高氯酸钡标准贮备液 (6.12), 用异丙醇溶液 (6.11) 稀释, 定容至 100mL。现用现配。
- 6.14 氢氧化钠溶液: $\rho(\text{NaOH}) = 0.10\text{mol/L}$ 。称取 2.00g 氢氧化钠 (6.3), 溶于 500mL 水中, 贮于聚乙烯瓶内。
- 6.15 高氯酸溶液: $\rho(\text{HClO}_4) = 0.15\text{mol/L}$ 。量取 8.5mL 高氯酸 (6.4), 在搅拌下加入到 500mL 冰乙酸 (6.5) 中, 混匀。在室温下滴加 20mL 乙酸酐 (6.6)。冷却后用冰乙酸稀释至 1000mL。
- 6.16 钼试剂指示剂: $\rho(\text{C}_{16}\text{H}_{11}\text{AsN}_2\text{Na}_2\text{O}_{10}\text{S}_2) = 2.0\text{g/L}$ 。称取 0.20g 钼试剂 (6.7), 溶于 100mL 水中, 贮于石英玻璃瓶或聚乙烯瓶内。
- 6.17 重铬酸钾洗液。称取 15.0g 重铬酸钾 (6.9), 溶于 30mL 水中, 在搅拌下缓缓加入浓硫酸 (6.10) 300mL, 贮于玻璃瓶内。

注: 除非另有说明, 均使用符合国家标准的分析纯试剂。实验用水为去离子水。

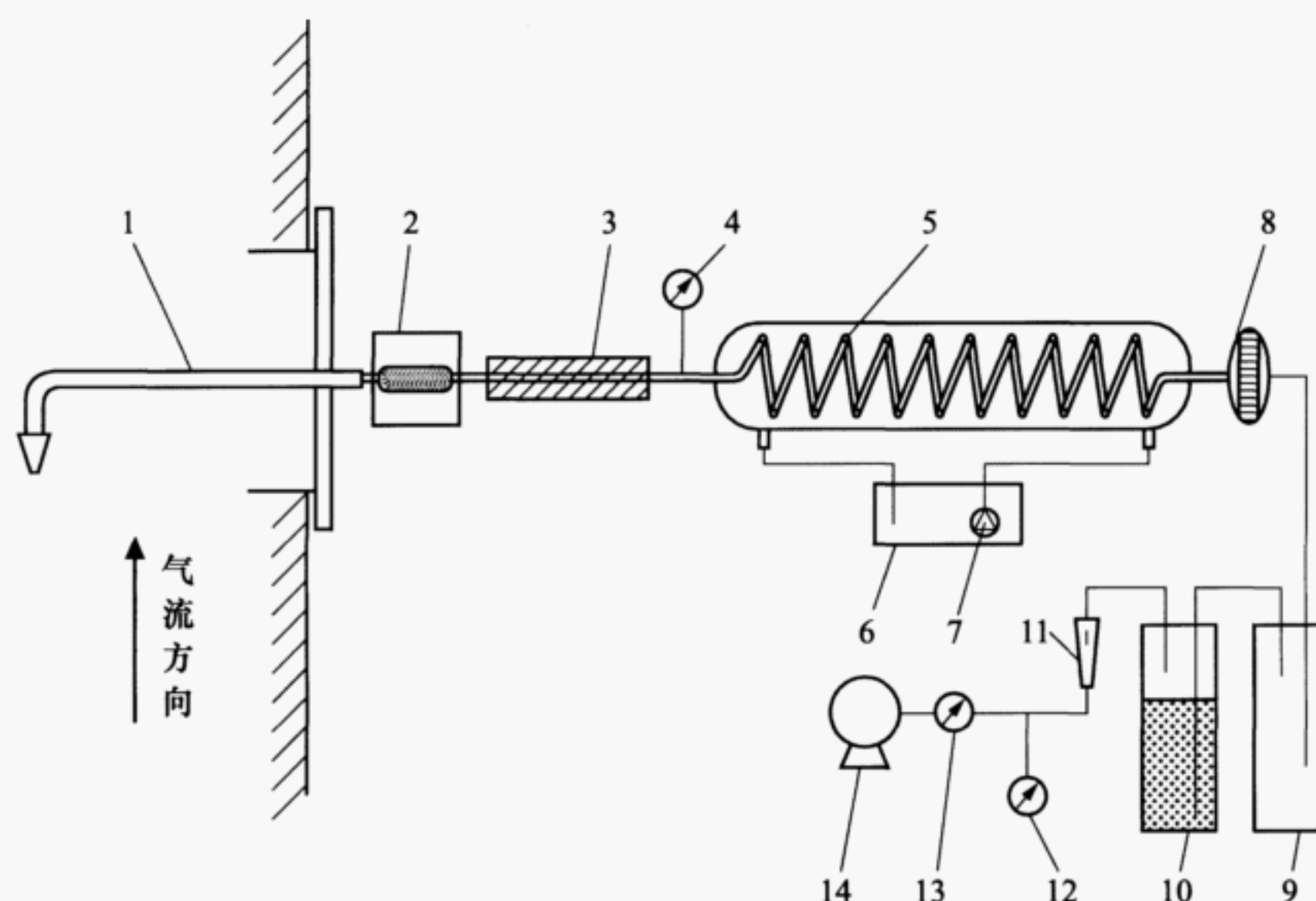
7 采样步骤

7.1 采样准备

- 7.1.1 按第 6 章的要求配制试剂。
- 7.1.2 用丙酮 (6.8) 清洗控制冷凝管内管和二级过滤器, 置于通风厨干燥备用。若控制冷凝管、二级过滤器上有难于清洗的固体异物, 可用重铬酸钾洗液 (6.17) 处理后依次用去离子水、丙酮清洗干净。
- 7.1.3 采样期间机组处于稳定运行状态, 锅炉负荷波动不宜超过 $\pm 5\%$ 。

7.2 采样过程

- 7.2.1 按 GB/T 16157 选取具有代表性的采样点。
- 7.2.2 测量采样点烟气温度、烟气湿度, 按附录 B 确定控制冷凝管水浴温度。
- 7.2.3 按照图 2 连接好采样系统, 并检查系统是否漏气, 如发现漏气, 应分段检查、堵漏, 直到满足检漏要求。检漏方法按 GB/T 16157 的规定执行。
- 7.2.4 采样前应测试采样点烟气流速, 按附录 A 确定抽气泵采样流量和采样嘴大小。
- 7.2.5 对采样系统进行加热, 当采样枪、加热过滤器、加热连接管、控温水浴装置达到设定温度后开启循环水泵; 当冷凝管入口烟温控制在 $(130 \pm 10)^\circ\text{C}$ 时, 开始采样。
- 7.2.6 采样嘴应正对气流方向, 采样嘴中心线和烟气流之间的夹角应小于 5° 。
- 7.2.7 每个采样点至少应测量两次, 每次采样体积应不小于 0.5m^3 。



说明:

- | | |
|-------------|-----------|
| 1——采样枪和采样嘴; | 8——二级过滤器; |
| 2——加热过滤器; | 9——缓冲瓶; |
| 3——加热连接管; | 10——干燥器; |
| 4——温度计; | 11——压力计; |
| 5——控制冷凝管; | 12——温度计; |
| 6——控温水浴装置; | 13——流量计; |
| 7——循环水泵; | 14——抽气泵。 |

图2 采样系统示意

7.2.8 采样结束后,用异丙醇溶液(6.11)对控制冷凝管和二级过滤器冲洗三次。合并收集冲洗液并定容至250mL。做好采样记录。

7.2.9 每次采样时都应带 250mL 异丙醇溶液 (6.11) 至采样现场作为全程序空白样品, 与采集的样品一同存放并带回实验室分析。

8 分析步骤

8.1 样品测定

用氢氧化钠溶液 (6.3) 或高氯酸溶液 (6.15) 将冲洗液 (7.2.8) pH 值调整为 3.5。加入 4 滴钪试剂指示剂 (6.16)，用高氯酸钡标准使用液 (6.13) 滴定至溶液由橘黄色变为粉红色，记录所滴加的高氯酸钡标准使用液体积。

8.2 全程序空白样品测定

按照与样品的相同条件(8.1)进行滴定,测得全程序空白样品所滴加的高氯酸钡标准使用液体积。

8.3 实验室空白样品测定

取 250mL 异丙醇溶液 (6.11) 作为实验室空白样品。按照与样品的相同条件 (8.1) 进行滴定, 测得实验室空白样品所滴加的高氯酸钡标准使用液体积。

9 结果计算和表示

9.1 结果计算

烟气中三氧化硫的质量浓度应按公式 (1) 计算:

$$C = \frac{0.001 \times (V - V_0)}{V_{nd}} \times 80.06 \times 1000 \quad (1)$$

式中:

- C ——烟气中三氧化硫的质量浓度, mg/m^3 ;
- V ——样品测定高氯酸钡标准使用液体积, L;
- V_0 ——实验室空白样品测定高氯酸钡标准使用液体积, L;
- 80.06 —— SO_3 的摩尔质量, g/mol ;
- V_{nd} ——换算成标准状态下采样体积, m^3 , 按公式 (2) 计算:

$$V_{nd} = V_d \times \frac{273.15}{273.15 + t_r} \times \frac{B_a + p_r}{101\,325} \quad (2)$$

式中:

- V_d ——实际工况下干烟气采样体积, m^3 ;
- B_a ——当地大气压, Pa;
- p_r ——流量计前烟气压力, Pa;
- t_r ——流量计前烟气温度, $^{\circ}\text{C}$ 。

9.2 结果表示

结果应符合数值修约规则, 小数点后可保留到第二位。

10 质量控制及质量保证

10.1 实验室宜符合 GB/T 27025 的要求, 具有计量认证证书 (CMA) 和中国合格评定国家认可委员会实验室认可证书 (CNAS)。

10.2 以采样体积 0.5m^3 计, 全程序空白样品的测定值 (8.2) 不应超过检出限; 以采样体积为 0.5m^3 计, 实验室空白样品的测定值 (8.3) 不应超过检出限。

10.3 新购置或维修后的采样流量计在启用前应进行流量校准; 采样所需要的仪器设备应在检定和校准有效期内。

10.4 采样过程中应密切关注干燥剂的状态, 保证采样前后干燥剂均处于有效状态, 中间发现干燥剂失效时应及时更换。

10.5 当采样后发现二级过滤器中滤膜破裂, 应检查或更换密封垫, 当次采样无效。

10.6 样品分析应在采样结束后 24h 内完成。

附录 A

(规范性附录)

抽气泵采样流量和采样嘴的确定

A.1 抽气泵采样流量的确定

抽气泵采样流量应按公式 (A.1) 计算:

$$V_{\text{pump}} = 8.0 \times \frac{273.15 + t_{\text{pump}}}{273.15 + t_{\text{condenser}}} \times \frac{B_a + p_{\text{condenser}}}{B_a + p_{\text{pump}}} \times (1 - X_{\text{sw}}) \quad (\text{A.1})$$

式中:

 V_{pump} ——抽气泵采样流量 (工况), L/min; t_{pump} ——抽气泵计前温度, °C; $t_{\text{condenser}}$ ——控温水浴装置的水浴温度, °C; B_a ——当地大气压力, Pa; $p_{\text{condenser}}$ ——控制冷凝管入口烟气静压, Pa; p_{pump} ——抽气泵计前压力, Pa; X_{sw} ——烟气湿度, %;

8.0 ——控制冷凝管流量 (工况), L/min。

A.2 采样嘴流量的计算

采样嘴流量应按公式 (A.2) 计算:

$$V_{\text{nozzle}} = 8.0 \times \frac{273.15 + t_{\text{gas}}}{273.15 + t_{\text{condenser}}} \times \frac{B_a + p_{\text{condenser}}}{B_a + p_{\text{gas}}} \quad (\text{A.2})$$

式中:

 V_{nozzle} ——采样嘴流量 (工况), L/min; t_{gas} ——烟气温度, °C; p_{gas} ——烟气静压, Pa。

A.3 采样嘴直径的确定

采样嘴直径应按公式 (A.3) 的计算结果选取:

$$d_{\text{nozzle}} = 4.608 \times \sqrt{\frac{V_{\text{nozzle}}}{v_{\text{gas}}}} \quad (\text{A.3})$$

式中:

 d_{nozzle} ——采样嘴直径, mm; v_{gas} ——采样点的烟气流速, m/s;

4.608 ——换算系数。

附 录 B
(规范性附录)
水 浴 温 度 的 确 定

控温水浴装置的水浴温度见表 B.1。

表 B.1 控温水浴装置的水浴温度表

烟气含湿量 X_{sw} %	控温水浴装置的水浴温度 ℃
$X_{sw} \leq 12$	60
$12 < X_{sw} \leq 13$	62
$13 < X_{sw} \leq 14$	64
$14 < X_{sw} \leq 15$	66
$15 < X_{sw} \leq 16$	68
$16 < X_{sw} \leq 17$	70
$X_{sw} > 17$	72

中 华 人 民 共 和 国
电 力 行 业 标 准
火电厂烟气中 SO₃ 测试方法
控制冷凝法

DL/T 1990 — 2019

*

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>)

北京传奇佳彩印刷有限公司印刷

*

2019 年 12 月第一版 2019 年 12 月北京第一次印刷

880 毫米×1230 毫米 16 开本 0.75 印张 21 千字

印数 001—300 册

*

统一书号 155198 • 1734 定价 15.00 元

版 权 专 有 侵 权 必 究

本书如有印装质量问题, 我社营销中心负责退换



中国电力出版社官方微信



电力标准信息微信

为您提供 **最及时、最准确、最权威** 的电力标准信息



155198.1734