МИНИСТЕРСТВО ЭНЕРГЕТИКИ И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ СССР
ГЛАВНОЕ НАУЧНО-ТЕХНИЧЕСКОЕ УПРАВЛЕНИЕ ЭНЕРГЕТИКИ И ЭЛЕКТРИФИКАЦИИ

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СОДЕРЖАНИЯ ДИОКСИДА СЕРЫ В ДЫМОВЫХ ГАЗАХ КОТЛОВ (ЭКСПРЕСС-МЕТОД)

РД 34.02.309-88

СПО
СОЮЗТЕХЭНЕРГО
Москва 1989

gost.e-ecolog.ru

Р А З Р А Б О Т А Н О Государственным ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательским энергетическим институтом им. Г.М.Кржижановского

И С П О Л Н И Т Е Л И Т.А.ТИШИНА, Н.В.АСТАХОВА

У Т В Е Р Ж Д Е Н О Главным научно-техническим управлением энергетики и электрификации 29.07.88

Заместитель начальника В.И.ГУЩА

© СПО Союзтехэнерго, 1989.

УДК 662.611:66.074.3

МЕТОДИЧЕСКИЕ УКАЗАНИЯ ПО ОПРЕДЕЛЕНИЮ СОДЕРЖАНИЯ ДИОКСИДА СЕРЫ В ДЫМОВЫХ ГАЗАХ КОТЛОВ (экспресс-метод)

РД 34.02.309-88

Срок действия установлен
с 01.01.89 г.
до 01.01.94 г.

Настоящие Методические указания устанавливают порядок экспресс-определения содержания диоксида серы в дымовых газах котлов газоанализатором "Эвдиометр-2", проводимого при испытаниях котлов, экспериментальных работах, проверке выбросов в атмосферу.

Методические указания распространяются на электростанции и котельные Минэнерго СССР.

I. ОБЩАЯ ЧАСТЬ

В основу определения содержания диоксида серы в дымовых газах положен йодометрический метод (модификация метода Рейха). Сущность метода состоит во взаимодействии диоксида серы с водным раствором йода, который окисляет сернистую кислоту, восстанавливаясь ею до галогеноводорода.

Метод предусматривает применение газоанализатора "Эвдиометр-2", принцип действия которого состоит в том, что анализируемый газ пропускается через поглотитель со стандартным раствором йода (в присутствии крахмала) до полного его обесцвечивания. По скорости пропускания и времени обесцвечивания вычисляется объем пробы и концентрация диоксида серы.

При определении концентрации диоксида серы в дымовых газах методом йодометрии может происходить искажение результатов вследствие восстановления йода другими кислыми примесями (NO_x , SO_3),

а также вследствие уноса йода при пропускании пробы через раствор. На показания могут также влиять наличие в пробе твердых взвешенных частиц и температура газа.

Твердые частицы и серный ангидрид удаляются в процессе отбора пробы. Оксиды азота не оказывают влияния на показания прибора до концентраций 0,1% об. NO , 0,02% об. NO_2 (в дымовых газах наблюдаются концентрации NO до 0,1% и NO_2 до 0,01%). Влияние температуры и уноса йода снижено до значения не более 0,4 основной погрешности прибора подбором режимных параметров и состава поглотительного раствора.

Газоанализатор "Эдиксметр-2" является нестандартизованным средством измерения единичного производства и метрологически обеспечен. Технические характеристики прибора приведены в приложении I. Средством контроля показаний прибора являются поверочные газовые смеси "Диоксид серы в азоте" - ТУ I6-2956-87.

Метод проверен на искусственных газовых смесях и на реальных газах действующих котлов.

2. ОПРЕДЕЛЕНИЕ СОДЕРЖАНИЯ ДИОКСИДА СЕРЫ

2.I. Подготовка к работе

2.I.I. Сборка схемы.

Прибор следует собрать согласно схеме рис.I, все элементы соединить трубками из силиконовой резины. Краны смазать вакуумной смазкой и тщательно очистить их проходные отверстия.

2.I.2. Проверка прибора на герметичность.

К входному шлангу прибора (см.рис.I) необходимо присоединить U-образный манометр, побудителем расхода создать разрежение 700 мм вод.ст.;шланг на выходе из прибора заглушить. Газоанализатор считается герметичным, если падение давления не превышает 2 мм вод.ст. в течение 3 мин.

2.I.3. Приготовление растворов.

Раствор йода. В мерную колбу вместимостью 500 мл перенести содержимое ампулы фиксанала (стандарт - титр 0,I г-экв) и довести объем до метки дистиллированной водой. Для получения 0,0I-нормального раствора необходимо 50 мл 0,I-нормального раствора пе-

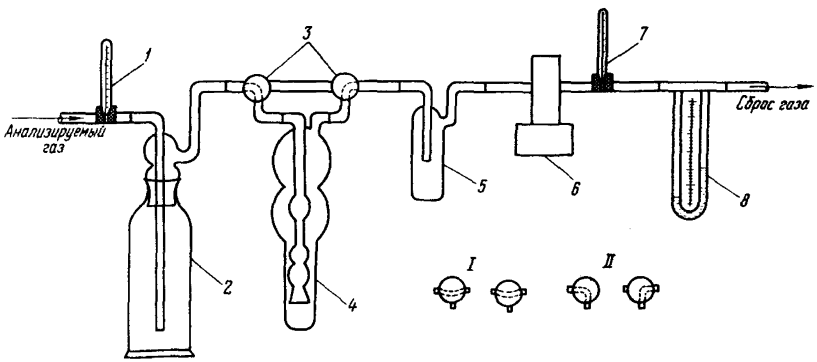


Рис.I. Принципиальная схема прибора "Эдиометр-2":
I,7 - термометры; 2 - конденсационный сосуд; 3 - краны; 4 - поглотительный сосуд; 5 - ловушка; 6 - побудитель расхода; 8 - реометр; I и II - положение кранов

ренести в колбу вместимостью 500 мл и довести объем до метки дистиллированной водой. Раствор хранить в темной склянке с притертой пробкой не более 7 сут.

Раствор крахмала. Растереть I г крахмала с I-2 каплями дистиллированной воды и влить в I50 мл кипящей дистиллированной воды. Полученный раствор профильтровать. Раствор хранить не более 3 сут.

Раствор йодистого калия. Перенести I0 г йодистого калия в колбу и долить 90 мл дистиллированной воды. Раствор хранить не более 7 сут.

2.2. Отбор пробы газа

2.2.I. Отбор пробы газов следует производить, согласно общепринятой методике теплотехнических испытаний котельных установок, из газового тракта котла при температуре 400-200°С, чему отвечает участок газового тракта "Выход из конвективного паро-

перегревателя - экономайзер - выход из воздухоподогревателя".

2.2.2. Для исследований отбор проб целесообразно осуществлять в зоне "Конвективный пароперегреватель - экономайзер", при контроле выбросов диоксидов серы в зоне воздухоподогревателя.

2.2.3. Отбор проб можно производить из штатной линии кислородомеров или из газохода котла. Во втором случае следует применять неохлаждаемые пробоотборные трубки из нержавеющей стали с предварительной тарировкой сечения по общепринятой методике испытаний котельных установок или специальные газоотборные устройства, обеспечивающие отбор усредненной пробы.

2.2.4. Схема соединения прибора с пробоотборной трубкой представлена на рис.2. Прибор присоединить к пробоотборнику с помощью резинового шланга и тройника из металла или стекла. При высоких температурах начальный участок соединительной линии может быть выполнен из термостойкой резины.

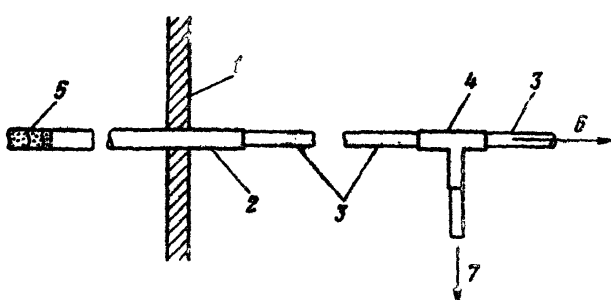


Рис.2. Схема отбора пробы газа для анализа прибором "Эдиометр-2": 1 - стенка газохода; 2 - пробоотборник; 3 - соединительный шланг; 4 - тройник; 5 - фильтр (анализируемый газ); 6 - к эжектору; 7 - к прибору

2.2.5. Серный ангидрид в виде серной кислоты отделяется в конденсационном сосуде вместе со сконденсировавшимися парами воды. Поэтому длину соединительной линии следует выбирать таким

образом, чтобы температура пробы на входе в прибор была не более 80°С. Температура контролируется термометром, входящим в схему прибора.

2.2.6. Для предотвращения скопления в линии сконденсировавшейся влаги следует ее гибкую часть располагать без петель и перегибов, с уклоном 10-15 град. в сторону прибора для обеспечения стока конденсата.

2.2.7. Отделение твердых частиц обеспечивается в конденсационном сосуде. При анализе газов с высоким содержанием золы в свободный конец пробоотборной трубки следует дополнительно поместить слой кварцевой ваты толщиной 5 см. Температурный интервал 200-400°С гарантирует от конденсации, которая способствует забиванию фильтра. Фильтры заменять по мере забивания.

2.3. Порядок проведения анализа

2.3.1. В колбу вместимостью 200 мл измерительными пипетками залить 2; 4; 6; 8 или 10 мл раствора йода, 10 мл раствора крахмала, 16 мл раствора йодистого калия, дозести дистиллированной водой до метки и тщательно перемешать. В поглотительные сосуды поместить 10 мл этого раствора. Ниже приводится зависимость количества раствора йода в поглотителе от количества раствора йода в колбе.

Количество раствора I_2 в колбе, мл.....	2	4	6	8	10
Количество раствора I_2 в поглотителе (m), мл	0,1	0,2	0,3	0,4	0,5

2.3.2. Установить поглотительный сосуд 4 (см.рис.1), краны 3 поставить в положение I.

2.3.3. Включить побудитель расхода 6, установить требуемый расход по реометру 8 и пропустить анализируемый газ в течение 1-2 мин для промывания линии.

2.3.4. Переключить краны 3 в положение II и при появлении первого пузырька газа включить секундомер. Скорректировать расход газа и поддерживать его постоянным в течение всего времени отбора пробы.

Отсчет времени заканчивают при полном обесцвечивании раствора.

2.3.5. Зафиксировать температуру пробы по термометру 7 на выходе из прибора.

2.3.6. Краны 3 переключить в первоначальное положение; поглотительный сосуд 4 снять и поставить на его место следующий.

2.3.7. Из конденсационного сосуда 2 слить конденсат, сосуд установить в прибор.

2.3.8. Повторить все операции с п.2.3.3.

2.3.9. По окончании проведения требуемого количества анализов отключить побудитель расхода 6.

2.3.10. Прибор отключить от сети и от линии отбора.

2.3.11. Поглотительные сосуды промыть дистиллированной водой.

2.3.12. Рекомендуемые соотношения количества раствора йода (m), его нормальности (N) и скорости пропускания пробы газа (v) в зависимости от концентрации С диоксида серы в анализируемом газе приведены в табл.I.

Таблица I

C г/м^3	N	m мл	v л/мин
I до 2 вкл.	0,I0	0,I	0,2; 0,3
0,I до 0,2 вкл.	0,0I	0,2	0,3; 0,4
		0,3	0,4
Св.2 до 3 вкл.	0,I0	0,2	0,2; 0,3
		0,3	0,2; 0,3; 0,4
Св.0,2 до 0,3 вкл.	0,0I	0,4	0,3; 0,4
		0,5	0,3; 0,4
Св.3 до 5 вкл.	0,I0	0,3	0,2; 0,3
		0,4	0,2; 0,3
Св.0,3 до 0,5 вкл.	0,0I	0,5	0,2; 0,3; 0,4
Св.5 до I0 вкл.	0,I0	0,3	0,2
		0,4	0,2
Св.0,5 до I,0	0,0I	0,5	0,2
Св.I0 до 20	0,I0	0,3	0,I
		0,4	0,I
		0,5	0,I

2.3.13. Оптимальное соотношение параметров m, N, v при неизвестных значениях концентрации диоксида серы следует выбирать после нескольких предварительных измерений таким образом, чтобы время обесцвечивания раствора составляло от 0,5 до 3 мин.

2.4. Обработка результатов

2.4.1. Концентрацию диоксида серы в анализируемом газе ($г/м^3$) рассчитать по формуле

$$C = \frac{m \cdot N \cdot 32}{V_0},$$

где V_0 - объем газовой пробы, приведенный к нормальным условиям, л;

32 - количество SO_2, эквивалентное 1 л 1-нормального раствора йода, г,

или

$$C = 89{,}08 \frac{T \cdot m \cdot N}{p \cdot v \cdot \tau},$$

где T - температура пробы газа, определяемая по термометру 7 (см.рис.1), К;

p - барометрическое давление, мм рт.ст.;

τ - время обесцвечивания раствора, мин;

89,08 - численный коэффициент, равный $\frac{32 \cdot 760}{273}$,

где 32 - количество SO_2, эквивалентное 1 л 1-нормального раствора йода, г;

760 - нормальное барометрическое давление, мм рт.ст.;

273 - нормальная температура, К.

2.4.2. Для упрощения расчета можно пользоваться формулой

$$C = KN \frac{T}{p} \cdot \frac{1}{\tau},$$

где $K = 89{,}08 \frac{m}{v}$.

Численные значения коэффициента K в зависимости от сочетания параметров m и v даны в табл.2.

Таблица 2

v л/мин	m мл				
	0,I	0,2	0,3	0,4	0,5
0,I	89,08	I78,I6	267,24	356,32	445,40
0,2	44,54	89,08	I33,62	I78,I6	222,70
0,3	29,40	58,79	89,08	II8,48	I48,76
0,4	22,27	44,54	66,8I	89,08	III,35
0,5	I7,82	35,63	53,45	7I,26	89,08

2.4.3. Рекомендуемая форма записи и обработки результатов приведена в приложении 2, пересчет секунд в минуты - в приложении 3.

2.4.4. Для пересчета концентрации диоксида серы на другие единицы пользоваться формулой

$$C' = a \cdot C,$$

где C' - концентрация диоксида серы в требуемых единицах;

a - коэффициент пересчета;

C - концентрация диоксида серы в заданных единицах.

Значения коэффициента a представлены в табл.3.

Таблица 3

Заданные единицы	Требуемые единицы			
	$см^3/м^3$; *ppm*	% об.	$г/м^3$; мг/л	$мг/м^3$
$см^3/м^3$; *ppm*	I	$I0^{-4}$	$2,86 \cdot I0^{-3}$	2,86
% об.	$I0^4$	I	28,6	$2,86 \cdot I0^4$
$г/м^3$; мг/л	350	0,035	I	$I0^3$
$мг/м^3$	0,350	$0,35 \cdot I0^{-4}$	$I0^{-3}$	I

Приложение I

ПРИБОР "ЭВДИОМЕТР-2", ЛАБОРАТОРНОЕ ОБОРУДОВАНИЕ И РЕАКТИВЫ

I. Характеристика прибора

Пределы измерения	0,004-0,7% об. или 0,I-20 г/м³
Предел допускаемой основной погрешности	±I0%
Объем пробы	До I,5 л
Продолжительность анализа	0,5-3 мин
Габаритные размеры	300х220хI00 мм
Масса	I,5 кг
Питание - переменный ток:	
напряжение	220 В
частота	50 Гц
Температура окружающей среды	(+I0 ÷ +50)°С
Температура газа на входе в прибор	Не более 80°С

2. Состав прибора

Для сборки прибора необходимы следующие детали:

термометры ртутные типа ТЛ со шкалой (0-I00)°С ГОСТ I0163-76 - 2 шт;

конденсационный сосуд (скляника Дрекселя) вместимостью I00 мл ГОСТ 25336-82Е - I шт.;

краны соединительные стеклянные КЗХ-2-32-2,5 ГОСТ 7995-80 Е - 2 шт.;

поглотительный сосуд (Рыхтера № 3) ГОСТ I7.2.4.03-8I - I шт.;

ловушка стеклянная (рис.3);

побудитель расхода (микрокомпрессор АЭН-I) ТУ I6-539.630-77;

реометр из оргстекла (рис.4-6), Лб.5.I83.002 ТУ 25-05-I560-74;

соединительные трубки из силиконовой резины с внутренним диаметром 3,5 мм.

Допустимые отклонения:

по высоте конденсационного, поглотительного сосудов и ловушки ±I0 мм;

по диаметрам конденсационного и поглотительного сосудов ±3 мм;

по внутренним диаметрам соединительных трубок ±I,5 мм.

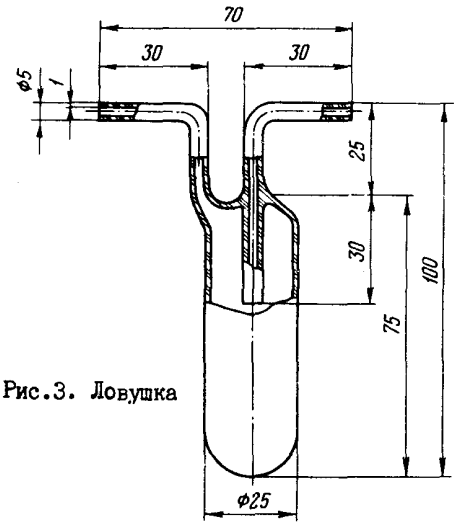


Рис.3. Ловушка

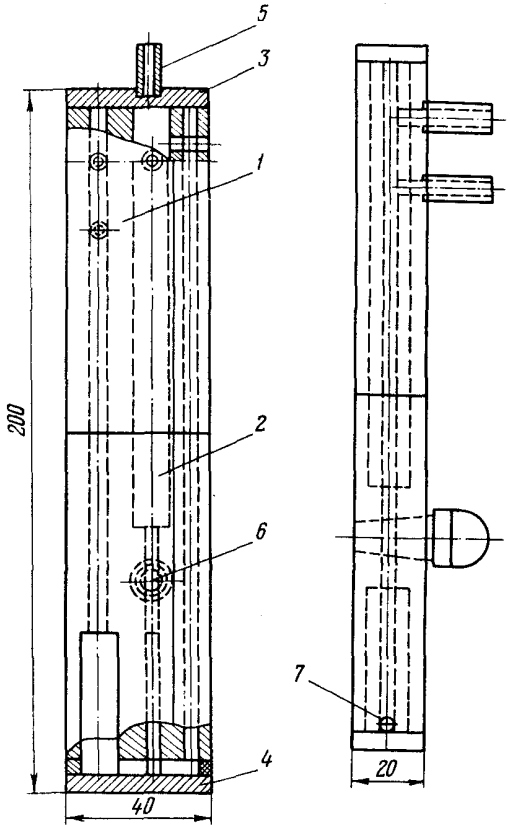


Рис.4. Реометр:

I - верхняя часть; 2 - нижняя часть; 3 - верхняя крышка; 4 - нижняя крышка; 5 - штуцер; 6 - кран; 7 - заглушка

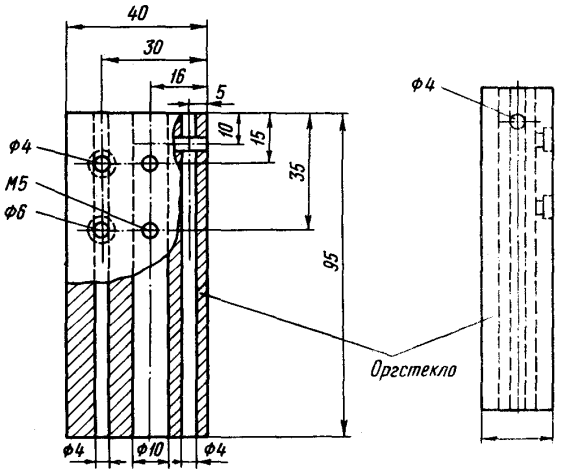


Рис.5. Верхняя часть реометра

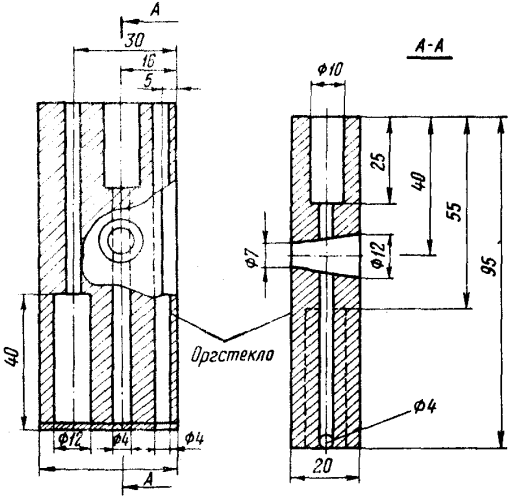


Рис.6. Нижняя часть реометра

3. Лабораторное оборудование и реактивы

В процессе определения концентрации диоксида серы прибором "Эвдиометр-2" должны применяться:

пипетки измерительные I; 5; I0 мл ГОСТ I770-74Е;
секундомер СД СПр-I ГОСТ 5072-79Е;
смазка вакуумная ОСТ 38018-75;
манометр U-образный, водяной.

Для приготовления растворов должны применяться:

колбы мерные стеклянные вместимостью I00 и 500 мл ГОСТ I770-74Е;
стакан стеклянный ПТ 200 мл ГОСТ I770-74Е;
весы аналитические ВЛР-200 ГОСТ 24I04-80Е;
йод, фиксанал, стандарт-титр 0,I г-экв, ТУ 6-09-2540-72;
крахмал растворимый картофельный ГОСТ I0I63-76;
калий йодистый ГОСТ 4232-74;
фильтры обеззоленные ТУ 6-09-I678-77.

Приложение 2

РЕКОМЕНДУЕМАЯ ФОРМА ЗАПИСИ И ОБРАБОТКИ РЕЗУЛЬТАТОВ ИЗМЕРЕНИЙ

Дата	Время	m мл	v л/мин	N	p мм рт.ст.	T К	T/p	K	$k=K\cdot N\frac{T}{p}$	τ		$C_{SO_2}=\frac{k}{\tau}$ г/м³
										с	мин	

Приложение 3

ПЕРЕВОД СЕКУНД В МИНУТЫ

с	мин	с	мин	с	мин	с	мин
I	0,02	I6	0,27	3I	0,52	46	0,77
2	0,03	I7	0,28	32	0,53	47	0,78
3	0,05	I8	0,30	33	0,55	48	0,80
4	0,07	I9	0,32	34	0,57	49	0,82
5	0,08	20	0,33	35	0,58	50	0,83
6	0,I0	2I	0,35	36	0,60	5I	0,85
7	0,I2	22	0,37	37	0,62	52	0,87
8	0,I3	23	0,38	38	0,63	53	0,88
9	0,I5	24	0,40	39	0,65	54	0,90
I0	0,I7	25	0,42	40	0,67	55	0,92
II	0,I8	26	0,43	4I	0,68	56	0,93
I2	0,20	27	0,45	42	0,70	57	0,95
I3	0,22	28	0,47	43	0,72	58	0,97
I4	0,23	29	0,48	44	0,73	59	0,98
I5	0,25	30	0,50	45	0,75	60	I,00

О Г Л А В Л Е Н И Е

I. Общая часть..... 3
2. Определение содержания диоксида серы..... 4
2.I. Подготовка к работе 4
2.2. Отбор пробы газа 5
2.3. Порядок проведения анализа 7
2.4. Обработка результатов 9
П р и л о ж е н и е I. Прибор "Эдиометр-2", лабораторное оборудование и реактивы..... II
П р и л о ж е н и е 2. Рекомендуемая форма записи и обработки результатов измерений..... I4
П р и л о ж е н и е 3. Перевод секунд в минуты.. I5

Подписано к печати I4.02.89 Формат 60x84 I/I6
Печать офсетная Усл.печ.л.0,93 Уч.-изд.л.0,9 Тираж I300 экз.
Заказ №222/89 Издат. № 86737

Производственная служба передового опыта эксплуатации энергопредприятий Союзтехэнерго
I05023, Москва, Семеновский пер., д.I5

Участок оперативной полиграфии СПО Союзтехэнерго
I09432. Москва, 2-й Кожуховский проезд, д.29, строение 6

gost.e-ecolog.ru