

T/ACCEM

中国商业企业管理协会团体标准

T/ACCEM XXXX—XXXX

烟气中三氧化硫的测定-异丙醇吸收光度法

Determination of Sulfur Trioxide in Flue Gas - Iso-Propyl Alcohol Absorption
Spectrophotometric Method

（征求意见稿）

在提交反馈意见时，请将您知道的相关专利连同支持性文件一并附上。

XXXX—XX—XX 发布

XXXX—XX—XX 实施

中国商业企业管理协会 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 干扰和消除 2

6 试剂和材料 2

7 仪器和设备 2

8 采样和测定 3

9 结果计算与表示 3

10 精密度和准确度 3

11 采样质量保证与质量控制 4

12 注意事项 4

前 言

本文件按照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。

本文件由江苏省南京环境监测中心提出。

本文件由中国商业企业管理协会归口。

本文件起草单位：江苏省南京环境监测中心、深圳睿境环保科技有限公司。

本文件主要起草人：宋祖华、欧阳夏骏、余淼。

烟气中二氧化硫的测定-异丙醇吸收光度法

1 范围

本文件规定了烟气中二氧化硫监测的方法原理、干扰和消除、试剂和材料、仪器和设备、采样和测定、数据处理、质量保证和质量控制等。

本文件适用于固定污染源烟气中二氧化硫监测。本文件的方法检出限为 0.1 mg/m^3 ，测定下限为 0.4 mg/m^3 。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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

HJ/T 46 定电位电解法二氧化硫测定仪技术条件

HJ/T 373 固定污染源监测质量保证与质量控制技术规范（试行）

HJ/T 397 固定源废气监测技术规范

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

零气 zero gas

不存在测量组分或小于规定值、其它组分浓度不干扰测量组分结果或产生的测量组分干扰可忽略不计的气体。

3.2

校准量程 calibration span

仪器的校准上限，为校准所用标准溶液浓度值对应的二氧化硫浓度值，校准量程（以下用 C.S. 表示）应小于或等于仪器的满量程。

3.3

示值误差 calibration error

标准溶液直接导入分析仪的测量结果与标准溶液浓度值之间的误差。

3.4

零点漂移 zero drift

在测试前、后，测定仪对相同零气测量结果的差值，占校准量程的百分比。

4 方法原理

将加热到硫酸露点温度（ 280°C ）以上的样气通过惰性材料内衬的采样探头及预处理单元，以恒速抽入专用的扰流高效密闭吸收捕集单元，捕集单元温度为 280°C ，由 80 % 异丙醇吸收液（异丙醇与水体积比，8: 2）高效选择捕集烟气中的 SO_3 ，形成与 SO_3 浓度成正比的等当量硫酸根离子（样品液），样品液与反应试剂进行反应后，反应液输送到分光光度单元，经过分光光度单元自动检测吸光度，从而计算硫酸根离子浓度，通过采集烟气体积计算得到 SO_3 的浓度。当烟道中 SO_3 已经与水结合生成了 H_2SO_4 ，此时的 H_2SO_4 在经过采样枪加热后能任意比例被异丙醇吸收液吸收，作为 SO_3 的一部分被定量为 SO_3 。系统流程如图 1 所示。

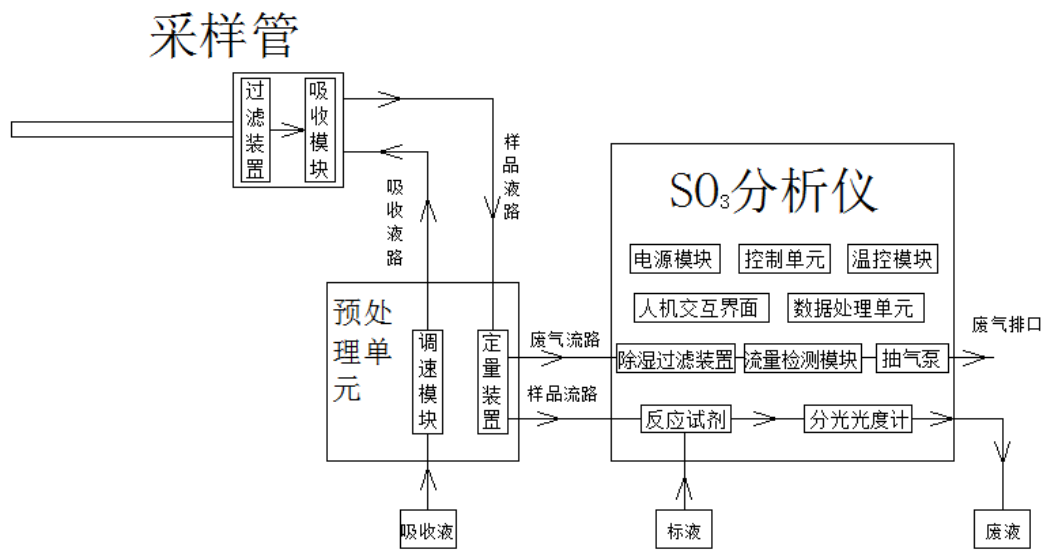


图1 系统流程示意图

5 干扰和消除

待测气体中的高浓度颗粒物、烟尘影响三氧化硫的测定，应采用滤尘装置滤除，消除影响。

6 试剂和材料

6.1 吸收液

吸收液：异丙醇水溶液：8+2（V/V）。

6.2 校准溶液

硫酸异丙醇校准溶液（溶质为硫酸，溶剂为（6.1））： $\rho\left(\text{SO}_4^{2-}\right)=6\text{ mg/L}$ 、 12 mg/L 、 24 mg/L 、 30 mg/L 。

6.3 反应试剂

氯钼酸钡三水化合物，分子式： $\text{C}_6\text{BaCl}_2\text{O}_4\cdot 3\text{H}_2\text{O}$ 。

6.4 零气

纯度 $\geq 99.99\%$ 的氮气或不干扰测定的清洁空气。

7 仪器和设备

7.1 SO_3 测定仪

7.1.1 组成

三氧化硫测试仪：采样管(含滤尘装置、吸收装置、加热装置、惰性内衬管等)、预处理(含吸收液、调速模块、定量装置等)、分析仪(含流量检测模块和控制单元、电源模块、人机交互界面、数据处理单元、抽气泵、反应试剂、除湿过滤装置、分光光度计等)、连接管线、便携式打印机等。

7.1.2 性能要求

7.1.2.1 示值误差：不超过 $\pm 5\%$ 。

7.1.2.2 零点漂移：不超过 $\pm 5\%$ 。

- 7.1.2.3 具有采样流量设置、显示功能。
- 7.1.2.4 具有样品采集定量检测功能。
- 7.1.2.5 采样管加热及保温温度：250℃～300℃ 内可设置、可调。
- 7.1.2.6 具有吸收液加液速度自动调节功能。

7.2 废气参数测定仪

能够测试废气的含湿量、烟气温度、烟气压力、烟气流速及流量等参数的仪器。

8 采样和测定

8.1 采样点和采样频次的确定

按 GB/T 16157、HJ/T 373 和 HJ/T 397 及有关规定，确定采样位置、采样点及频次。

8.2 测定仪气密性检查

按仪器使用说明书，正确连接分析仪、采样管、导气管等，达到仪器工作条件后可按 GB/T 16157 或 HJ/T 46 检查气密性。若检查不合格，应查漏和维护，直至检查合格。

8.3 仪器校准

8.3.1 零点校准

将吸收液（6.1）抽入分析仪中，经过与系统试剂反应后，测量计算分光光度计零点信号值，校准分光光度计零点，将零气（6.4）导入测定仪，待测试数据稳定后，校准仪器零点。

8.3.2 量程校准

将硫酸标准溶液（6.2）抽入分析仪中，经过与系统试剂反应后，测量计算分光光度计量程信号值，校准分光光度计量程。

8.4 排气参数的测定

按照 GB/T 16157 的规定，测定排气参数。

8.5 样品测定

- 8.5.1 将测定仪采样管前端置于排气筒中采样点上，堵严采样孔，使之不漏气。
- 8.5.2 完成分析仪预热，安装好过滤、吸收装置。
- 8.5.3 启动抽气泵，以测定仪规定的采样流量取样测定，待测定仪稳定后，按分钟保存测定数据，取连续 5min～15 min 测定数据的平均值，作为一次测量值。
- 8.5.4 测试结束后，依照仪器说明书的规定用吸收液（6.1）自动清洗测定仪，待其示值回到零点附近后，关机断电，结束测定。

9 结果计算与表示

9.1 计算结果

三氧化硫的浓度结果，应以标准状态下干烟气中的质量浓度表示，单位： mg/m^3 。

9.2 结果表示

三氧化硫浓度应保留 1 位小数。

10 精密度和准确度

10.1 精密度

- 10.1.1 实验室对浓度水平为 $2 \text{ mg}/\text{m}^3$ 、 $5 \text{ mg}/\text{m}^3$ 和 $15 \text{ mg}/\text{m}^3$ 的三氧化硫标准气体进行测定，实验室

内相对标准偏差分别为：3.3 %、1.7 % 和 4.1 %。

10.1.2 对某硫铁矿制酸企业处理装置出口、某燃煤电厂 SCR 脱硝出口、某石油炼化企业催化裂解炉出口烟气中三氧化硫浓度进行同步测定。硫铁矿制酸企业处理装置出口烟气中三氧化硫浓度为 $7.1 \text{ mg/m}^3 \sim 8.9 \text{ mg/m}^3$ ，平均值分别为 7.9 mg/m^3 ；燃煤电厂 SCR 脱硝出口烟气中三氧化硫浓度为 $27.1 \text{ mg/m}^3 \sim 34.7 \text{ mg/m}^3$ ，平均值 30.5 mg/m^3 ；石油炼化企业催化裂解炉出口烟气中三氧化硫浓度为 $9.0 \text{ mg/m}^3 \sim 12.1 \text{ mg/m}^3$ ，平均值 10.9 mg/m^3 。实验室内相对标准偏差分别为：2.8 %、4.7 % 和 2.0 %。

10.2 准确度

实验室对浓度水平为 2 mg/m^3 、 5 mg/m^3 和 15 mg/m^3 的三氧化硫标准气体进行测定，相对误差分别为：7.5 %、-2.6 % 和 6.7 %。

11 采样质量保证与质量控制

11.1 监测前，测定零气（6.4）和校准溶液（6.2），计算示值误差、零点漂移，并记录测定数据。若示值误差和/或零点漂移不符合 7.1.2 条 a) 和 b) 的要求，应查找原因，进行仪器维护或校准，直至满足要求。

11.2 监测后，再次测定零气（6.4）和校准溶液（6.2），计算示值误差、零点漂移，并记录测定数据。若示值误差和零点漂移符合 7.1.2 条 a) 和 b) 的要求，判定样品测定结果有效；否则，判定样品测定结果无效。

11.3 样品测定结果应处于仪器校准量程的 20 %~100 % 之间，否则应重新选择校准量程；若样品测定结果不大于测定下限，则无需重新选择校准量程。

11.4 根据现场测试三氧化硫浓度高低，应及时更换反应试剂，防止因反应试剂不足，导致影响测试结果。更换反应试剂后，应重新完成仪器校准。

12 注意事项

12.1 测定仪应在其规定的环境温度、环境湿度等条件下工作。

12.2 吸收液（6.1）应使用色谱级分析纯配置，配置后应于阴凉干燥处密封贮藏，有效期 7 天。

12.3 校准标准溶液（6.2）应于阴凉干燥处密封贮藏，有效期 6 个月。

12.4 测量时应保证液路管路中充满液体，不能存在有气泡，防止影响测定结果。

12.5 应及时清洁采样滤尘装置，防止阻塞气路。

12.6 测定仪应具有抗负压能力，保证采样流量不低于其规定的流量范围。

12.7 测定仪长期不用时，每季度应至少通电开机运行一次，并完成零点校准。