

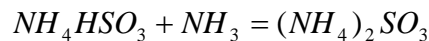
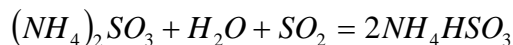
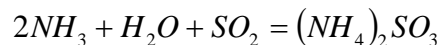
撞击流气-液反应器氨法脱除燃煤烟气中SO₂实验

一、 实验目的

1. 了解撞击流反应器的基本特征
2. 理解氨法脱硫原理，并熟练掌握气液撞击流反应器脱硫实验操作
3. 掌握酸、碱滴定操作及分光光度计的使用

二、 实验原理

本实验以SO₂和空气的混合物为模拟烟气（简称烟气）。在撞击流气液反应器中，两种气体在混合器中充分混合后分成两股进入撞击流气液反应器的气体导管；同时氨水吸收液也分成两股，由旋涡压力喷嘴分散成雾状从气体导管出口处喷出与气体混合。两股气-液悬浮体向吸收室中心相向流动撞击并基本上在撞击面上完成吸收过程。反应方程式如下：



三、 实验步骤

本实验研究主要包括以下两个方面的内容：

1. 在撞击流气液反应器内进行脱硫试验的研究

研究二氧化硫的进口含量、氨硫比、液气比、烟气流速等因素对脱硫效果的影响，确定有利于脱硫的最佳参数，以指导实际的工程应用。

(1) 装置的调试与运行

(2) 溶液的配制 包括SO₂及氨吸收液、不同浓度氨水溶液的配制

SO₂吸收液配制：称取 11.0g氨基磺酸铵，7.0g硫酸铵，至于小烧杯中加少量水，搅拌使其溶解，转入 1000mL容量瓶中，再加入 5mL稳定剂，加水至刻度线。

用 0.1N硫酸和 0.1N氨水溶液调pH值，使之成为 5.4±0.3。

氨吸收液配制：用无氨水配制稀硫酸吸收液 $C_{(1/2H_2SO_4)} = 0.005mol/L$ 。

(3) 撞击流气液反应器脱硫实验

① 接通电源，打开离心通风机。

② 在风机运行一段时间稳定后，打开计量泵输送氨水溶液。

③ 调节出口阀门，缓冲罐压力稳定后，开启二氧化硫钢瓶阀门，二氧化硫气体流经转子流量计，进入气体混和器，与空气混和后进入反应器，再与氨水吸收液撞击反应。

④ 待入口二氧化硫的转子流量计的示数稳定，开启采样装置中的真空泵，使真空泵的真空度恒定在 0.005MPa 后，打开测量装置中的转子流量计。

⑤ 待转子流量计的示数恒定为 32L/h，开启吸收瓶的阀门，在入口烟气流经的直管处采样，采样时间为五分钟；再在烟气出口处采样五分钟。阀门转向废液吸收剂瓶，并把收集好的样品转入容量瓶定容。

⑥ 调节转子流量计，使其示数恒定为 80L/h，开启吸收瓶的阀门，用硫酸吸收液吸收氨气，收集十分钟，同时收集排出的废液。

⑦ 取样结束后，关闭二氧化硫的钢瓶阀门后，断开尾气吸收瓶处的硅胶管，关真空泵，再关闭鼓风机。

⑧ 用清水代替氨水溶液清洗反应器，最后关闭计量泵。

⑨ 对取样进行分析。

2. 尾气和废液中的氨与二氧化硫含量进行分析

以氨水吸收二氧化硫，通过对尾气及废液中的氨与二氧化硫含量以及入口处二氧化硫含量的测定，可以算出脱硫效率等相关数据，从而对实验的脱硫效果作出合理评价。

(1) 二氧化硫含量的测定

① 碘标准溶液的配制与标定

取 40.0g 碘化钾，12.7g 碘，加少量水溶解后，于 1000mL 棕色容量瓶定容，加 3 滴盐酸。从中取 50mL 于 500mL 容量瓶中，用水稀释至标线。在 500mL 容量瓶中取 25mL 用标准的硫代硫酸钠溶液标定，硫代硫酸钠溶液的体积为 V_1 。

$$C_{(1/2I_2)} = \frac{C_{(Na_2S_2O_3)} \times V_1}{25}$$

② 吸收液中SO₂的测定

将采样后吸收瓶内的液体全转到 250mL 容量瓶中，并用少量吸收液洗涤两

次，洗涤液也转入容量瓶，加水至刻度线。从吸收液中取 25mL 入 250mL 碘量瓶中，加 0.5% 的淀粉指示剂溶液 5.0mL，摇匀，用标定好的碘液滴定，直到溶液由无色变为蓝色停止，记下所耗碘量 V_2 。同时作空白试验，记下空白试验耗碘量 V_0 。

二氧化硫的浓度由下式计算：

$$y_{(SO_2)} = \frac{C_{(I/2I_2)} \times (V_2 - V_0) \times 32 \times 10^3}{V_{nd}}$$

式中： $y_{(SO_2)}$ - 烟气中二氧化硫浓度， mg/m^3 ；

V_{nd} - 采样体积，L。

(2) 氨含量的测定

① 吸收液中氨含量的测定（次氯酸钠法）

a. 主要试剂的配制：水杨酸-酒石酸钾钠溶液；亚硝基铁氰化钠溶液；次氯酸钠溶液；氯化铵储备液与

b. 分别取 0, 1, 2, 3, 4, 5, 6mL 配制好的氯化铵标准溶液放入七个具塞的 10mL 比色管中，加 1.00mL 水杨酸-酒石酸钾钠溶液，2 滴亚硝基铁氰化钠溶液，用水稀释至 9mL 左右，加 2 滴次氯酸钠溶液，用水稀释至标线，摇匀，放置 1 小时。在波长 697nm 处，以水为参比，测吸光度，并根据测定数据做出氨含量与吸光度值的标准曲线。取一定体积采样完后并定容的样液于 10mL 具塞的比色管中，按制作标准曲线的步骤进行显色反应，测定吸光度，同时作空白试验。

氨浓度 $C_{(mg/m^3)}$ ：

$$C = \frac{W \cdot V_t}{V_n \cdot V_0}$$

式中： W - 测定时所取样品溶液中的氨含量， μg ；

V_n - 标准状态下的采气体积，L；

V_t - 样品溶液总体积，mL；

V_0 - 测定时所取样品溶液的体积，mL。

② 废液中氨含量的测定

a. 主要试剂的配制:

双氧水溶液: 3.0%;

中性甲醛溶液: 在 1000ml 甲醛溶液中, 加入 10ml 酚酞指示液, 用 0.5mol/L NaOH 溶液中和至浅红色。

甲基红-次甲基兰混合指示液: 甲基红乙醇溶液(1g/L)与次甲基兰乙醇溶液(1g/L)按 1:2 体积比混合。

酚酞指示液: 10 g/L(按 GB603-88 之规定配制)。

b. 移取 20ml 的废液于容量瓶中, 稀释至 500ml。在 250 ml 锥形瓶中, 加入 3% 的 H_2O_2 溶液 10ml, 取稀释的废液 25ml 移入锥形瓶中, 加 4 滴甲基红-次甲基混合指示液, 溶液呈绿色, 用 H_2SO_4 溶液滴定至蓝绿色, 消耗体积为 V_a (mL), 否则用 NaOH 溶液滴定至蓝绿色, 消耗体积为 V_1 (mL)。在往滴定后的溶液中加入 20ml 中性甲醛溶液, 摇匀后放置 1min, 继续用 NaOH 溶液滴定, 溶液颜色由蓝紫→绿→紫红, 最后加 1 滴, 转为灰蓝保持半分钟不退色, 即为终点, 消耗体积为 V_2 (mL)。

如第一步用 H_2SO_4 液滴定, 则废液中含 $NH_3 \cdot H_2O$ 和 $(NH_4)_2SO_3$, 其摩尔浓度分别为:

$$C_{NH_3 \cdot H_2O} = C_{\frac{1}{2}H_2SO_4} \cdot V_a \quad C_{(NH_4)_2SO_3} = \frac{1}{2} C_{NaOH} \cdot (V_2 - V_a)$$

如第一步用 NaOH 液滴定, 当 $V_2 > V_1$, 废液中含 NH_4HSO_3 和 $(NH_4)_2SO_3$, 有:

$$C_{NH_4HSO_3} = C_{NaOH} \cdot V_1 \quad C_{(NH_4)_2SO_3} = \frac{1}{2} C_{NaOH} \cdot (V_2 - V_1)$$

当 $V_2 < V_1$, 废液中含 NH_4HSO_3 和 H_2SO_3 , 有:

$$C_{(NH_4)_2SO_3} = C_{NaOH} \cdot V_2 \quad C_{H_2SO_3} = \frac{1}{2} C_{NaOH} \cdot (V_1 - V_2)$$

四、 思考题

1. 在烟气出口处采样及用硫酸吸收液吸收氨气的时间不能太短, 为什么?
2. 采样时系统应维持一定的真空度, 这样做的目的是什么?
3. 测定废液中氨含量时, 滴定的终点溶液颜色由蓝紫→绿→紫红, 实际过程中这一现象并不明显, 可采取什么方法确定滴定终点?