

NY

中华人民共和国农业行业标准

NY/T 859—2014
代替 NY/T 859—2004

户用沼气脱硫器

Desulfurizer of domestic biogas

2014-03-24 发布

2014-06-01 实施

中华人民共和国农业部 发布

目 次

前言	II
1 范围	1
2 规范性引用文件	1
3 型号编制	1
4 技术要求	1
5 试验方法	2
6 检验规则	6
7 标志、包装、运输、贮存	7
附录 A(规范性附录) 脱硫剂的再生方法	8
附录 B(规范性附录) 高浓度硫化氢气体的制备及灌气	9
附录 C(规范性附录) 高浓度硫化氢气体浓度测定	10
附录 D(规范性附录) 气体空速的计算	12

前　　言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准代替 NY/T 859—2004《户用沼气脱硫器》。

本标准与 NY/T 859—2004 相比,主要变化如下:

- 规范性引用文件中,增加了 NY/T 1496.1 农村户用沼气输气系统 第 1 部分:塑料管材(见 2);
- 增加了脱硫剂堆密度的技术参数和试验方法(见 4.5.4 和 5.9);
- 增加了脱硫剂径向抗压碎强度的技术参数和试验方法(见 4.5.5 和 5.8);
- 增加了脱硫剂磨耗率的技术参数和试验方法(见 4.5.6 和 5.11);
- 修改了脱硫剂重量的技术参数(见 4.5.2);
- 修改了脱硫器的密封性能技术参数(见 4.4);
- 修改了硫容的试验方法(见 5.7);
- 修改了脱硫器结构技术要求(见 4.2.2);
- 修改了脱硫器壁厚技术要求(见 4.3.3);
- 删除了脱硫剂粉末含量的技术参数及试验方法(见 2004 年版的 4.9 和 5.10);
- 删除了脱硫器容积的技术参数和试验方法(见 2004 年版的 4.4 和 5.4)。

本标准由农业部科技教育司提出。

本标准由全国沼气标准化技术委员会(SAC/TC 515)归口。

本标准起草单位:农业部沼气科学研究所、山西恒星催化净化有限公司。

本标准主要起草人:陈子爱、贺莉、霍保根、丁自立、席江、蒋鸿涛、冉毅、张冀川。

本标准的历次版本发布情况为:

- NY/T 859—2004。

户用沼气脱硫器

1 范围

本标准规定了以氧化铁为脱硫剂的户用沼气脱硫器的型号参数、技术要求、试验方法、检验规则和标志、包装、运输和贮存的要求。

本标准适用于压力小于 10 kPa 的户用沼气脱硫器,本标准不适用于液体及其他固体脱硫剂的脱硫器。

2 规范性引用文件

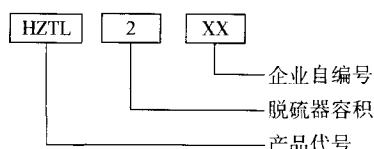
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

NY/T 1496.1 农村户用沼气输气系统 第1部分:塑料管材

3 型号编制

3.1 型号编制方法

户用沼气脱硫器型号由产品代号、脱硫器容积和企业自编号组成,表示为:



3.2 产品代号

户用沼气脱硫器用大写汉语拼音字母 HZTL 表示。

3.3 脱硫器容积

用阿拉伯数字表示,单位为 L。

3.4 企业自编号

用汉语拼音字母或阿拉伯数字表示。

3.5 示例

HZTL - 2 表示脱硫器容积为 2 L 的户用沼气脱硫器。

4 技术要求

4.1 外观

4.1.1 脱硫器外观应平整、光滑、无毛刺,无有损外观的缺陷。

4.1.2 脱硫器的进出气管的内壁应光滑、无毛刺。

4.2 结构

4.2.1 结构应密封,易于固定,在使用中易于更换脱硫剂,沼气在脱硫器内流动不应有短路现象。

4.2.2 脱硫器进出口长度应 ≥ 20 mm,并带 3 个密封节或丝口,公称直径(ϕ)应与符合 NY/T 1496.1 规定的 PVC 软管或 PE 管材匹配,软管连接时应用卡扣卡紧,不得漏气。

4.2.3 脱硫器独立使用时,其表面应有明显的进出气方向标识。

4.2.4 脱硫器高径比(高度与直径的比)宜为(2:1)~(3:1)。

4.3 材质

4.3.1 脱硫器的盖子应有密封垫,密封垫应选用耐磨并具有弹性的垫片。

4.3.2 脱硫器容器应使用耐压压力 $\geq 10 \text{ kPa}$ 并耐腐蚀的材料制造。

4.3.3 脱硫器容器任何部位壁厚应 $> 2 \text{ mm}$,不得有气孔、裂纹等缺陷。

4.3.4 脱硫器容器材质的熔点应 $> 110^\circ\text{C}$,不得使用再生塑料。

4.3.5 脱硫器容器壳体重量应在说明书中标明。

4.4 脱硫器密封性能

脱硫器在 10 kPa 压力下应不漏气。

4.5 脱硫剂

4.5.1 氧化铁脱硫剂几何尺寸为直径(ϕ)4 mm~6 mm,长(L)5 mm~15 mm 的条状颗粒。

4.5.2 脱硫剂重量应 $\geq 2.0 \text{ kg}$ 。

4.5.3 脱硫剂首次硫容应 $\geq 12\%$,累计硫容应 $\geq 30\%$ 。

4.5.4 堆密度 0.60 kg/L~0.80 kg/L。

4.5.5 径向抗压碎强度 $\geq 50 \text{ N/cm}$ 。

4.5.6 脱硫器中脱硫剂的磨耗率应 $\leq 0.6\%$ 。

4.5.7 脱硫剂再生次数不超过 3 次,不应在脱硫器内再生,再生方法见附录 A。

4.6 使用寿命

4.6.1 脱硫器盖子密封圈在反复开启 12 次后,应符合 4.4 要求。

4.6.2 脱硫器在避开阳光和高热状况下安装使用 5 年内应保持原状,不应有锈蚀、开裂、变形、老化现象。

4.7 脱硫器压力降

脱硫器首次使用产生的压力降应 $< 200 \text{ Pa}$ 。

5 试验方法

5.1 实验室条件

5.1.1 硫容试验用气采用人工配制硫化氢气体,配置方法见附录 B。

5.1.2 测试环境条件:试验温度($25 \pm 10^\circ\text{C}$)。

5.1.3 试验用仪器见表 1。

表 1 试验用仪器

序号	项目	仪器名称	规格	精确度或最小刻度
1	硫化氢含量	注射器	0 mL~5 mL	0.2 mL
		三通活塞	不锈钢	注射器配套
		秒表	15 min	0.1 s
		硫化氢检测仪	HS-1型	0.001%
		硫化氢检测管	0%~0.5%	0.02%
			0%~0.012%	0.0005%
2	环境条件	玻璃水银温度计	0°C~50°C	1°C
		毛发湿度计	0%~100%	1%
		空盒压力表	80 hPa~106 hPa	1 hPa

表 1 (续)

序号	项目	仪器名称	规 格	精确度或最小刻度
3	压力降、密封性能	U型压力表	0 kPa~10 kPa	10 Pa
4	脱硫剂重量	电子秤	5 kg	1 g
5	粉尘含量	天平	0 g~200 g	0.1 g
6	几何尺寸	游标卡尺	0 mm~200 mm	0.02 mm
7	容积	量筒	0 mL~1 000 mL	1 mL
		软尺	0 mm~1 000 mm	1 mm
8	硫容	量气管	0 mL~500 mL	2 mL
		天平	0 g~200 g	0.001 g
9	堆密度	量筒	0 mL~1 000 mL	1 mL
		天平	0 g~200 g	0.001 g
10	径向抗压碎强度	智能颗粒强度试验机	0 N~250 N	1 N
		分样筛	850 μm 孔径	—
11	磨耗率	磨耗仪	$\Phi 120 \text{ mm} \times 150 \text{ mm}$	1 mm

5.2 外观

目测脱硫器表面是否平整光滑无毛刺,无明显划痕和影响外观的缺陷。

5.3 结构

目测及通用量具检查脱硫器结构应符合 4.2 要求。

5.4 材质

目测及通过量具检测,脱硫器材质应符合 4.3 要求。

5.5 密封性能

密封脱硫器出口,U型表与脱硫器并联在入口处输入试验气,按 10 kPa 试压,保持 5 min,检查是否漏气。

5.6 脱硫剂

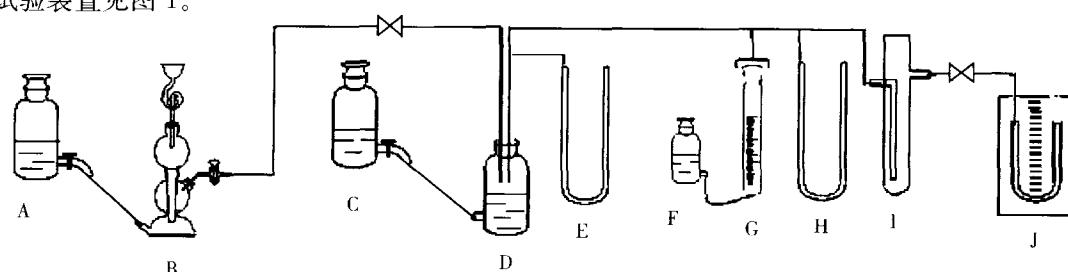
5.6.1 用游标卡尺测量氧化铁脱硫剂几何尺寸。

5.6.2 将脱硫剂从脱硫器中倒出,用电子秤称脱硫剂重量。

5.7 硫容

5.7.1 试验装置

试验装置见图 1。



说明:

- | | |
|-----------|-----------|
| A——盐酸瓶; | F——水准瓶; |
| B——启普发生器; | G——流量计; |
| C——高位瓶; | H——U型压力表; |
| D——储气瓶; | I——鼓泡瓶; |
| E——U型压力表; | J——恒温器。 |

图 1 硫容试验装置

5.7.2 试验条件

硫化氢浓度:进口 0.6 g/L ~ 0.9 g/L,出口不大于 1.52 mg/Nm³,硫化氢浓度测试方法见附录 C。

反应器规格:直径(Φ)23 mm×1 mm 直管型或 U 型玻璃管。

脱硫剂装量:不少于 8 g。

恒温水浴锅或气浴锅温度:(30±2)℃。

压力:200 Pa~300 Pa。

气体空速:80 h⁻¹,气体空速计算方法见附录 D。

5.7.3 试验方法

- a) 称取不少于 8 g(准确度 0.01 g)的脱硫剂试样,将试样截成 3 mm~4 mm 的颗粒,装入反应器内墩实;
- b) 将反应器置于恒温装置内,并接入系统,调节温度至(30±2)℃;
- c) 在反应器气体出口端放入用 10% 醋酸铅溶液浸泡过的湿润试纸;
- d) 接通气体线路,使量气管充满气体,读出并记录气体体积数和储存瓶压力、温度,调整空速至 80 h⁻¹,接通反应器,使脱硫反应充分进行;
- e) 当醋酸铅试纸开始变黑时,立即停止通气,并记录气体体积数,计算累计气体通过体积,此时硫容为首次硫容(S);
- f) 按照上述方法,再重复 2 次,每次通气终了,试样完全再生,直至试样由黑色完全变为褐红色,此 3 次硫容为累计硫容(S_w);
- g) 用式(1)计算首次硫容:

$$S = \frac{(V_1 \cdot F \cdot C_{H_2S}) \times \frac{32}{34} \times 1000}{m} \times 100 \quad (1)$$

式中:

S ——首次硫容,单位为百分率(%);

V_1 ——首次通过反应器浓硫化氢气体体积,单位为毫升(mL);

m ——试样质量,单位为克(g);

32 ——硫的摩尔质量;

34 ——硫化氢的摩尔质量;

C_{H_2S} ——硫化氢气体浓度,单位为克每升(g/L);

F ——气体体积校正系数。

- h) 用式(2)计算累计硫容:

$$S_w = \frac{\sum_{i=1}^3 (V_i \cdot F \cdot C_{H_2S}) \times \frac{32}{34} \times 1000}{m} \times 100 \quad (2)$$

式中:

S_w ——累计硫容,单位为百分率(%);

V_i ——逐次通过反应器浓硫化氢气体体积,单位为毫升(mL);

- i) 用式(3)计算气体体积校正系数:

$$F = \frac{273.2 \times (P + P')}{1.013 \times 10^5 \times (273.2 + t)} \quad (3)$$

式中:

P ——大气压力,单位为帕(Pa);

P' ——取气时储气瓶表压,单位为帕(Pa);

t ——室温, 单位为摄氏度(°C)。

5.8 径向抗压碎强度测定

5.8.1 样品准备

- a) 样品按四分法随机缩分为 30 颗~100 颗备用;
 - b) 样品处理成长度为 5 mm~15 mm, 两端面磨平;
 - c) 样品在 (120 ± 5) °C 下预干燥 2 h, 干燥时不应使样品分解或破坏;
 - d) 干燥后的样品, 在备有干燥剂的干燥器内自然冷却至室温, 抗压碎力的测定过程中, 应防止样品吸潮而影响颗粒抗压碎力的评价。

5.8.2 试验方法

- a) 打开智能颗粒强度试验机的电源,预热 20 min;
 - b) 将准备好的样品颗粒,取其 10 颗,逐一量其长度(L_i),精确至 0.01 cm,并置于智能颗粒强度试验机的样品平台上,样品逐步受力至破碎;
 - c) 样品测毕后,记录颗粒抗压碎力(F_i)的测定结果;
 - d) 用式(4)计算径向抗压碎强度:

$$p = \frac{i \sum_{i=1}^{10} (F_i + L_i)}{10} \quad \dots \dots \dots \quad (4)$$

式中：

p ——径向抗压碎强度, 单位为牛每厘米(N/cm);

F_i ——逐个颗粒抗压碎力,单位为牛(N);

L_i ——逐个颗粒长度, 单位为厘米(cm)。

5.9 堆密度测定

5.9.1 样品准备

将脱硫剂倒入 10 目分样筛，取其颗粒作为测试样品。

5.9.2 试验方法

- a) 将试样分次加入量筒内,边加边墩实,至刻度为止。然后称取其重量(精确至 0.1 g)。
 - b) 用式(5)计算堆密度:

$$\rho = \frac{m - m_0}{\gamma} \quad \dots \dots \dots \quad (5)$$

式中：

m ——试样和量筒的质量, 单位为克(g);

m_0 ——量筒质量,单位为克(g);

v ——量筒体积,单位为毫升(mL);

ρ ——堆密度, 单位为千克每升(kg/L)。

5.10 使用寿命

脱硫器接口密封圈在反复开启 12 次后，按 5.5 的方法测试应符合 4.5 要求。

5.11 脱硫剂磨耗率

5.11.1 样品准备

- a) 按四分法将样品缩分至 250 g,用 850 μm 孔径的分样筛筛除尘粒;
 - b) 将筛余样品放入烘箱内,(120 \pm 5) $^{\circ}\text{C}$ 烘干 2 h;
 - c) 烘干后的样品移至盛有硅胶的干燥器内,自然降至室温;
 - d) 准确称取两份干燥样品(100 \pm 0.1) g(W_1)。

5.11.2 试验方法

- a) 检查磨耗仪,对仪器内部进行清洁。
 - b) 启动磨耗仪电源,预热仪器 30 min。
 - c) 将备好的样品轻轻放入磨耗仪内并启动仪器。
 - d) 停止转动后,把样品全部倒入装有容器的 $850 \mu\text{m}$ 孔径的分样筛中。
 - e) 将分样筛内样品连同容器置于磨耗仪的筛分箱中,启动筛分箱。
 - f) 停止转动后,准确称量磨后筛余样品质量(W_2)。
 - g) 按同样的步骤,完成另一个平行样品测试。
 - h) 用式(6)计算磨耗率:

$$m = \frac{W_1 - W_2}{W_1} \times 100 \quad \dots \dots \dots \quad (6)$$

式中：

W_1 ——样品质量,单位为克(g);

W_2 ——筛余样品质量,单位为克(g)。

- i) 用式(7)计算平均磨耗率:

式中：

\bar{m} ——平均磨耗率, 单位为百分率(%) ;

m_1 ——平行测定时 1 号样品磨耗率, 单位为百分率(%)。

m_2 ——平行测定时 2 号样品磨耗率, 单位为百分率(%)。

5.12 压力降

在脱硫器进、出气口处各并联安装一个 U型压力表，记录进出气口压力差值。

6 检验规则

6.1 出厂检验

- 6.1.1 出厂检验项目为本标准 4.1、4.2、4.3、4.4、4.5.2。

- 6.1.2 产品应有生产厂质检部门检验合格证方可出厂。

6.2 型式检验

- #### 6.2.1 型式检验的项目包括本标准规定的全部技术要求

- ### 6.2.2 在下列情况之一时应进行型式检验:

——新产品或老产品转厂生产的试制定型鉴定；

——正式生产后,如结构、材质上有所改变而可能影响产品性能时:

——正常生产，周期满一年时：

——产品长期停产后恢复生产时：

——出厂检验结果与上次型式检验有较大差异时：

—国家质量监督机构提出进行型式检验要求时。

- 6.2.3 型式检验的样品是在出厂检验合格的产品中随机抽取,每次抽样不少于3台,其中2台试验,1台备样。

6.3 判定原则

项目分类及判定方法见表 2。

表 2 项目分类及判定方法

分类	序号	项目名称	判定方法
A	1	密封性	不允许不合格
	2	首次硫容	
	3	累计硫容	
	4	脱硫剂重量	
B	5	压力降	允许有一项不合格
	6	脱硫器材质	
	7	径向抗压碎强度	
	8	堆密度	
C	9	脱硫剂几何尺寸	允许有三项不合格
	10	脱硫器盖子密封圈使用寿命	
	11	磨耗率	
	12	外观	
	13	结构	

6.3.1 不合格品的判定原则

- 1) 有一个 A 项不合格时,为不合格;
- 2) 有一个 B 类和二个 C 类或二个 B 类不合格时,为不合格;
- 3) 有四个 C 类不合格时,为不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

脱硫器应在明显位置标示铭牌,标明生产厂的名称、商标、型号、制造日期,产品执行标准。

7.2 包装

7.2.1 产品应独立成套包装,包装箱应规范牢固,应标明厂名、产品名称、型号、体积、脱硫剂重量、防潮、防压字样,包装箱内应有出厂产品检验合格证和使用说明书。

7.2.2 产品使用说明书

应包括下列内容:

- 产品主要技术指标;
- 安装、使用说明;
- 脱硫剂再生方法;
- 安全维护注意事项;
- 厂址及通讯联络事项。

7.3 运输

脱硫器在运输时要轻装轻放,避免剧烈震动、碰撞和防雨,搬动时禁止滚动和抛掷,避免脱硫剂粉化。

7.4 贮存

脱硫器须贮存在干燥、清洁通风的仓库里,防止吸潮和化学污染。贮存堆码不得超过 2 m,防止倒塌。

附录 A
(规范性附录)
脱硫剂的再生方法

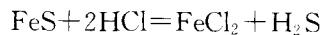
- A.1 脱硫器出口气体中 H₂S 超过 1.52 mg/Nm³ 或使用要求指标,而硫容尚未到规定指标时,则进行脱硫剂的再生。
- A.2 取出失去活性的脱硫剂,均匀松散地置于平整、干净、阴凉、通风的场地上,使脱硫剂与空气充分接触氧化再生。
- A.3 如果脱硫剂中水分含量较低时,可均匀适量地喷洒一些浓度为 5% 的石灰水,以加快再生速度。
- A.4 当脱硫剂的颜色由黑色变成铁红色或褐色时,筛除粉渣,再将再生后的脱硫剂装入脱硫器内继续使用。
- A.5 再生次数一般为 2 次~3 次。
- A.6 如果经过长时间再生后,脱硫剂的颜色没有变成铁红色或褐色,说明脱硫剂完全失去了活性,这时就要更换新的脱硫剂。

附录 B
(规范性附录)
高浓度硫化氢气体的制备及灌气

B.1 气体制备

B.1.1 方法原理

硫化亚铁与盐酸反应生成硫化氢和氯化亚铁。化学反应式如下：



B.1.2 气体制备流程

见 5.7.1 图 1。

B.1.3 所需试剂

B.1.3.1 硫化亚铁:工业品。

B.1.3.2 盐酸:(1+1)溶液。

B.1.4 操作步骤

取硫化亚铁约 100 g,加入硫化氢发生器,500 mL(1+1)盐酸加入水准瓶。将装于水准瓶内的盐酸导入硫化氢发生器,即可产生大量的硫化氢气体。

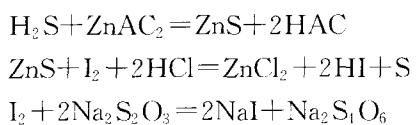
B.2 灌气

由硫化氢发生器产生的气体,依靠自身的压力充入储气瓶。一边发生气体,一边充入,直至充满为止。气体的发生和灌气速度均不宜过快。

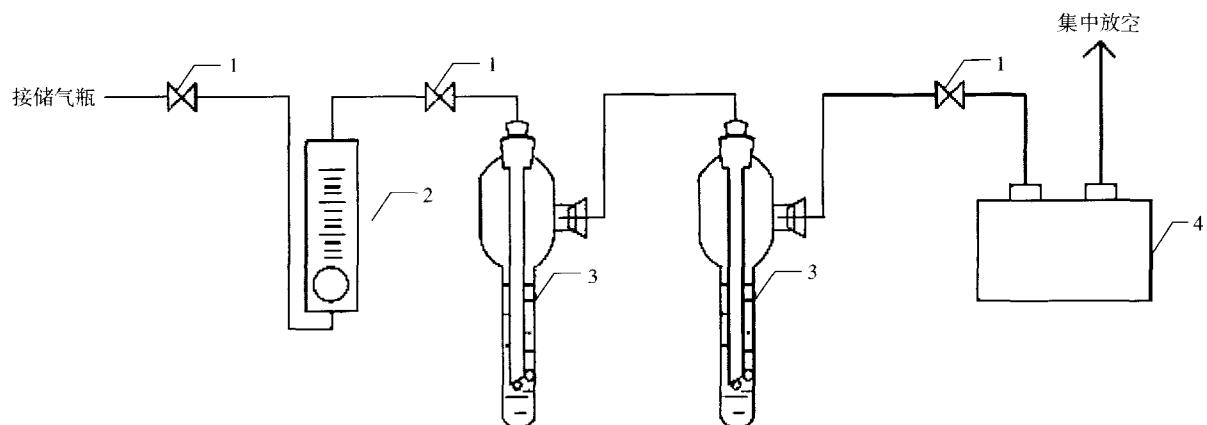
附录 C
(规范性附录)
高浓度硫化氢气体浓度测定

C.1 方法原理

醋酸锌溶液能将硫化氢全部吸收固定为硫化锌, 硫化锌与定体积的碘标准溶液和盐酸混合液反应, 以淀粉为指示剂用硫代硫酸钠回滴过量的碘, 从而测得硫化氢浓度。化学反应方程式如下:

**C.2 测定流程**

见图 C.1。



说明:

1——阀门;
2——转子流量计;
3——气体吸收瓶;

4——真空泵。

图 C.1 硫化氢浓度测定流程示意图

C.3 需要试剂

C.3.1 0.1 000 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液。

C.3.2 0.050 00 mol/L 碘(I₂)标准溶液。

C.3.3 10%醋酸锌溶液:称取醋酸锌 100 g, 溶于 500 mL 水中, 加冰醋酸 10 mL, 加热溶解后稀释至 1 000 mL, 混匀。

C.3.4 2 mol/L 硫酸溶液。

C.3.5 冰醋酸。

C.3.6 0.5%淀粉溶液。

C.3.7 碘化钾。

C.3.8 盐酸:(1+1)溶液。

C.4 测定步骤

- C.4.1 量取 20 mL 醋酸锌溶液, 分别注入两个串联的吸收瓶中。
- C.4.2 打开 1[±]、2[±] 阀门, 使量气管导通并充入 5 mL 气体。
- C.4.3 关闭 1[±] 阀门, 并转动 2[±] 阀门使量气管、吸收瓶、真空泵导通。
- C.4.4 启动真空泵, 由 3[±] 阀门调节气流速度, 使气体均匀通过吸收瓶并充分吸收, 直至量气管内气体全部吸收为止, 停止真空泵。
- C.4.5 拆下吸收瓶, 将吸收瓶内气体吸收液转入已装有 10 mL 碘标准溶液和 5 mL(1+1)盐酸混合液的 250 mL 碘量瓶中, 再用 2 mL 碘标准溶液和 1 mL(1+1)盐酸溶液溶解吸收瓶中残留的沉淀物, 转入碘量瓶, 并用水将吸收液洗涤至无碘液为止, 洗涤液均转入碘量瓶中, 混匀。用硫代硫酸钠标准溶液滴定过量的碘至溶液褪至浅黄色时加入 0.5% 淀粉溶液 2 mL, 继续滴定至蓝色褪去为终点。

C.4.6 用式(C.1)计算硫化氢气体浓度:

$$C_{\text{H}_2\text{S}} = \frac{(V_1 C_1 - \frac{1}{2} V_2 C_2) \times 34.08}{V \times F} \quad \dots \dots \dots \quad (\text{C.1})$$

式中:

- $C_{\text{H}_2\text{S}}$ ——浓硫化氢气中硫化氢的浓度, 单位为克每升(g/L);
- V_1 、 V_2 ——分别为消耗的碘标准溶液和硫代硫酸钠标准溶液的体积, 单位为毫升(mL);
- C_1 、 C_2 ——分别为消耗的碘标准溶液和硫代硫酸钠标准溶液的浓度, 单位为摩尔每升(mol/L);
- V ——通过吸收瓶气样的体积数, 单位为毫升(mL);
- 34.08 ——硫化氢气体的摩尔质量, 单位为克每摩尔(g/mol);
- F ——气体体积校正系数, 计算同式(3)。

附录 D (规范性附录) 气体空速的计算

D.1 原理简述

一定量的脱硫剂在一定时间内通过的气体体积可准确测得，由此即可得出气体空速。

D.2 用式(D.1)计算气体流速

$$V_{sp} = \frac{V \times F \times \rho}{m \times t} \times 60 \dots \dots \dots \quad (D.1)$$

式中：

V_{sp} ——气体空速, 单位为每小时(h^{-1});

V ——通过反应器气体体积,单位为升(L);

ρ ——脱硫剂堆密度, 单位为克每升(g/L);

m ——试样质量, 单位为克(g);

t ——通气时间,单位为分钟(min);

F ——气体体积校正系数, 计算同式(3)。