

ICS 71. 100. 99

G 74

备案号: 65341~65343—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5405~5407—2018

乙烯聚合催化剂催化性能试验方法、 脱液化气中无机硫催化剂硫容试验方法 和常温脱硫醇催化剂活性试验方法 (2018)

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5405—2018	乙烯聚合催化剂催化性能试验方法	(1)
HG/T 5406—2018	脱液化气中无机硫催化剂硫容试验方法	(13)
HG/T 5407—2018	常温脱硫醇催化剂活性试验方法	(25)

ICS 71. 100. 99
G 74
备案号: 65343—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5407—2018

常温脱硫醇催化剂活性试验方法

Test method of activity for thiols removal catalyst at room temperature

2018-10-22 发布

2019-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准由中国石油和化学工业联合会提出。

本标准由全国化学标准化技术委员会化工催化剂分技术委员会（SAC/TC63/SC10）归口。

本标准起草单位：华烁科技股份有限公司、北京三聚环保新材料股份有限公司、山西科灵催化净化技术发展公司、南化集团研究院。

本标准主要起草人：雷军、张清建、魏华、赵文涛、孔渝华、孙国双、苗茂谦、秦志峰。

常温脱硫醇催化剂活性试验方法

警示——本标准所涉及的原料气和尾气（含乙硫醇、氧气、氮气等）对人体健康和安全具有中毒、易燃、易爆危害，必须严防系统漏气，现场严禁有明火，并且应配有必要的灭火器材和排风设备等预防措施；本标准并未揭示所有可能的安全问题，使用者应严格按照有关规定正确使用，并有责任采取适当的安全和健康措施。

1 范围

本标准规定了常温脱硫醇催化剂的活性试验方法。

本标准适用于在常温条件下脱除煤制气、天然气、焦炉气等各种化工原料气中硫醇的催化剂。

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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

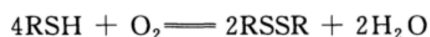
GB/T 6003.1 试验筛 技术要求和检验 第1部分：金属丝编织网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

原料气中的硫醇，在催化剂的作用下与氧气发生化学反应生成二硫化物，而被催化剂吸附，其化学反应方程式如下：

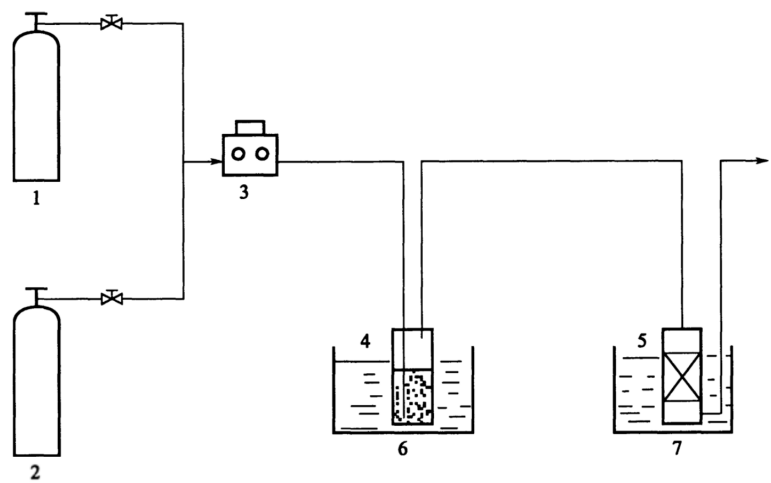


通过测定催化剂所吸附硫的质量分数计算出脱硫醇催化剂的硫容，以此表征催化剂的活性。

4 试验装置

4.1 流程

常温脱硫醇催化剂活性试验装置示意图见图1。



说明：
1——氮气钢瓶；
2——原料气钢瓶；
3——流量计；
4——水汽饱和器；
5——反应器；
6,7——恒温水浴。

图 1 常温脱硫醇催化剂活性试验装置示意图

4.2 主要性能

常温脱硫醇催化剂活性试验装置主要性能设计参数见表 1。

表 1 常温脱硫醇催化剂活性试验装置主要性能设计参数

项 目	性能参数
反应器中反应管的规格/mm	$\phi 33 \times 1.5$ (石英玻璃管)
使用压力 (表压)/MPa	1.0
最高使用温度/℃	90
平行性 (绝对差值)/%	≤ 2
复现性 (绝对差值)/%	≤ 2

4.3 校验

正常情况下，试验装置的平行性、复现性每年用参考样或保留样至少测定一次，其测定方法按第 6 章和第 7 章的规定。

5 样品

5.1 实验室样品

按 GB/T 6678 的规定取得。

5.2 试样

将实验室样品混合均匀，用孔径为 3.0 mm 和 5.0 mm 的试验筛 (按照 GB/T 6003.1 中 R40/3

系列)筛分。取粒度为 3.0 mm~5.0 mm 的试样,置于烘箱中 120 °C±5 °C 干燥 2 h,取出放在干燥器中冷却至室温,按附录 A 的规定测定其紧堆密度。

5.3 试料

根据试样的紧堆密度称取 30.0 mL 对应质量的试样,精确至 0.01 g,待用。

6 试验步骤

6.1 原料气

原料气由氧气 (2.5 %~5.0 %)、乙硫醇 (3 000 mgS/m³~5 000 mgS/m³)(硫质量浓度的测定按附录 B 的规定)、水 (25 °C±1 °C 饱和水),其余为氮气组成。

6.2 试料的装填

将 40 mL 处理干净的粒度为 3 mm~5 mm 的耐火球装入反应管内,并敲实。再在耐火球上加一层钢丝网,将催化剂试料 (见 5.3) 小心倒入反应管内,轻轻敲击管壁使催化剂床层装填紧密,然后加上一层钢丝网,钢丝网上装入 40 mL 粒度为 3 mm~5 mm 的耐火球,轻轻敲实,将反应器接入试验系统。

6.3 系统试漏

打开氮气钢瓶总阀,向系统内通入氮气,并稳定在 0.5 MPa 压力,关闭系统进、出口阀门。如在 0.5 h 内压力下降小于 0.05 MPa,则视为系统密封。试漏符合要求后,打开系统出口阀排气,使系统压力降至常压。

6.4 活性测定

打开原料气阀门,向系统内通入原料气,控制并调节其系统压力为常压、水汽饱和器温度为 25 °C±1 °C、反应器温度为 60 °C±1 °C、空速为 1 000 h⁻¹ (气体相关的流量校正见附录 C)。当催化剂吸硫数小时后 (视硫容大小而定),开始使用气相色谱仪 (乙硫醇和二乙基二硫的检出限均小于 0.05 mgS/m³) 测定尾气中硫质量浓度。每隔 30 min 或 15 min 测定一次。若尾气中硫质量浓度连续 3 次测定超过 0.05 mgS/m³ 时,立即停止通入原料气。记录第一次测定超标时间为催化剂吸硫时间。

6.5 停车

试验结束后,切断原料气,系统改通氮气,30 min 后关闭氮气。

7 试验数据处理

活性以催化剂中硫的质量分数 w 计,按公式 (1) 计算:

$$w = \frac{0.03\rho t}{m} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

ρ ——原料气中硫质量浓度的数值,单位为克每立方米 (g/m³);

t ——反应时间的数值,单位为小时 (h);

m ——催化剂试料的质量的数值,单位为克 (g)。

计算结果保留到小数点后 1 位。

附 录 A
(规范性附录)
催化剂紧堆密度的测定

A.1 试样的堆积

将适量的试样（见 5.2）分成若干份，依次加入 250 mL 量筒内，每加一次均需将量筒上下振动若干次，直至试样在量筒内的位置不变为振实，反复操作，直至振实的试样量为 100 mL。

A.2 试样的称量

称量振实的 100 mL 试样（见 A.1）的质量，精确至 0.01 g。

A.3 紧堆密度的计算

紧堆密度 ρ ，数值以克每毫升（g/mL）表示，按公式（A.1）计算：

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V} \quad \dots\dots\dots (A.1)$$

式中：

m_2 ——250 mL 量筒和 100 mL 试样的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——250 mL 量筒的质量的数值，单位为克（g）；

V ——试样的体积的数值，单位为毫升（mL）。

计算结果保留到小数点后 2 位。取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，平行测定结果的相对误差应不大于 2.0 %。

附 录 B
(规范性附录)
硫质量浓度的测定 (汞量法)

B.1 一般规定

本附录所用试剂,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、制剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备。

B.2 原理

气体中的硫醇被氢氧化钠溶液吸收后变为易与汞离子反应的硫离子,以双硫脲三氯甲烷为指示液,用汞离子标准滴定溶液直接滴定。滴定到终点时,在碱的作用下,微过量的汞离子与双硫脲形成微红色络合物。

B.3 试剂

B.3.1 硝酸。

B.3.2 氢氧化钠溶液: 10.0 g/L。

B.3.3 汞离子标准溶液: $c(\text{Hg}^{2+})=20\text{ mg/L}$ 。

称取 68.0 mg 红色氧化汞(以氧化汞含量 99.6 %为基准计算)于 100 mL 烧杯中,加入 6 mL 硝酸,使其完全溶解,加入适量蒸馏水后移至 500 mL 棕色容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。

B.3.4 汞离子标准滴定溶液: $c(\text{Hg}^{2+})=4\text{ mg/L}$ 。

吸取 20.00 mL 汞离子标准溶液(见 B.3.3)于 100 mL 棕色容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。用时现配。

B.3.5 双硫脲三氯甲烷指示液: 0.01 g/L。

B.4 仪器

B.4.1 医用注射器: 2 mL, 50 mL。

B.4.2 三角锥瓶: 50 mL。

B.4.3 湿式气体流量计: 2 L。

B.5 分析步骤

在 50 mL 锥形瓶中加入约 10 mL 氢氧化钠溶液,用橡胶塞塞紧并抽真空。用注射器抽取一定体积的原料气,注入锥形瓶中,充分振摇使硫醇被氢氧化钠溶液充分吸收,加入 1 滴双硫脲三氯甲烷指

示液，用汞离子标准滴定溶液（见 B. 3. 4）滴定至微红色为终点。同时做空白试验。

B. 6 结果计算

原料气中硫质量浓度 ρ ，数值以克每立方米（ g/m^3 ）表示，按公式（B. 1）计算：

$$\rho = \frac{c(V_1 - V_2)}{V_{\text{气}}} \dots\dots\dots (\text{B. 1})$$

式中：

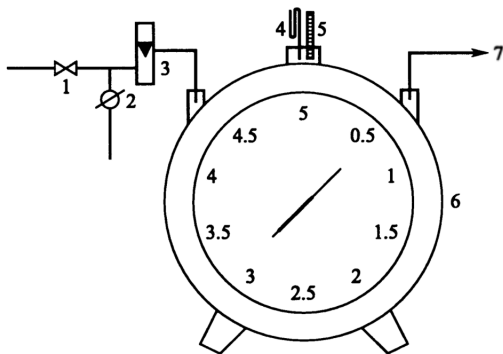
- c ——汞离子标准滴定溶液（见 B. 3. 4）的浓度的数值，单位为毫克每升（ mg/L ）；
- V_1 ——汞离子标准滴定溶液（见 B. 3. 4）滴定时耗用体积的数值，单位为毫升（ mL ）；
- V_2 ——汞离子标准滴定溶液（见 B. 3. 4）空白试验时耗用体积的数值，单位为毫升（ mL ）；
- $V_{\text{气}}$ ——气体试样的体积的数值，单位为毫升（ mL ）。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，平行测定结果的相对误差应不大于 5 %。

附 录 C
(规范性附录)
转子流量计流量的校正

C.1 校正装置

湿式气体流量计流量校正装置示意图见图 C.1。



- 说明：
- 1——原料气进气阀；
 - 2——气量调节考克；
 - 3——转子流量计；
 - 4——水压差计；
 - 5——温度计；
 - 6——湿式气体流量计；
 - 7——放空。

图 C.1 湿式气体流量计流量校正装置示意图

首先调节好湿式气体流量计的水平。再拧开水位溢流孔的螺帽，向湿式气体流量计内加入蒸馏水。当水由溢流孔漫出时，停止加水。待溢流孔不漫水时，拧紧溢流孔螺帽。

C.2 校正步骤

打开进气阀，原料气经转子流量计进入湿式气体流量计，用考克调节气体流量的大小。记下湿式气体流量计的起始读数，同时启动秒表计时。当湿式气体流量计计量一定量气体体积时，按下秒表，记下时间和湿式气体流量计的终止读数，计算气体的体积流量。调节气体流量大小，重复测定，直至气体体积流量为 Q 时为止，确定转子流量计内浮子上端面的刻度位置。

C.3 流量计算

气体体积流量 Q ，数值以毫升每分钟 (mL/min) 表示，按公式 (C.1) 计算：

$$Q = \frac{SvV_{cat}P_0T}{60PT_0} \dots\dots\dots (C.1)$$

(35)

式中：

S_v ——空速的数值，单位为每小时 (h^{-1})；

V_{cat} ——催化剂试料的体积的数值，单位为毫升 (mL)；

P_0 ——标准状态下的大气压的数值，单位为帕斯卡 (Pa) ($P_0 = 101\,325$)；

T ——测定时室温的热力学温度的数值，单位为开尔文 (K)；

P ——测定时的大气压的数值，单位为帕斯卡 (Pa)；

T_0 ——标准状态下的热力学温度的数值，单位为开尔文 (K) ($T_0 = 273$)。

中华人民共和国

化工行业标准

乙烯聚合催化剂催化性能试验方法、
脱液化气中无机硫催化剂硫容试验方法
和常温脱硫醇催化剂活性试验方法
(2018)

HG/T 5405~5407—2018

出版发行：化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

北京科印技术咨询服务公司海淀数码印刷分部

880mm×1230mm 1/16 印张2 $\frac{3}{4}$ 字数62.4千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2546

购书咨询：010-64518888

售后服务：010-64518899

网址：<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书，如有缺损质量问题，本社销售中心负责调换。

定价：42.00元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

