

ICS 71. 100. 99
G 74

备案号: 65353~65356—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5417~5420—2018

甲醇气相脱水制二甲醚催化剂活性试验
方法、锰系臭氧分解催化剂化学成分分析
方法和活性试验方法以及液化气中正构
烯烃制异丁烯催化剂化学成分分析方法
(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 5417—2018	甲醇气相脱水制二甲醚催化剂活性试验方法	(1)
HG/T 5418—2018	锰系臭氧分解催化剂化学成分分析方法	(13)
HG/T 5419—2018	锰系臭氧分解催化剂活性试验方法	(27)
HG/T 5420—2018	液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂化学成分分析方法	(39)

ICS 71.100.99

G 74

备案号: 65355—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5419—2018

锰系臭氧分解催化剂活性试验方法

Test method for activity of Mn based ozone decomposition catalyst

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：南化集团研究院、山东省产品质量检验研究院、成都东方凯特瑞环保催化剂有限责任公司。

本标准主要起草人：陆建国、邱爱玲、邹惠玲、牛磊、白亚昊、董海龙。

锰系臭氧分解催化剂活性试验方法

1 范围

本标准规定了锰系臭氧分解催化剂活性试验方法。

本标准适用于以二氧化锰（ MnO_2 ）为主要活性组分，分解环境中臭氧的催化剂。

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

一定条件下，臭氧在催化剂的作用下生成氧气，其化学反应方程式如下：



用碘化钾标准滴定溶液吸收反应前后气体中的臭氧，测定其质量浓度，计算出臭氧转化率，以此表征催化剂活性。

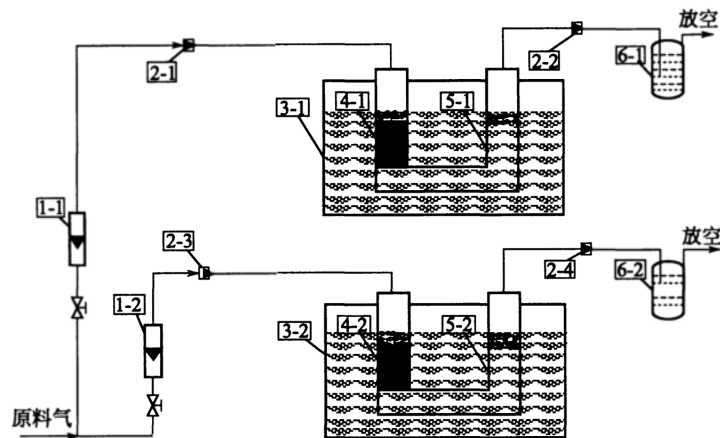
4 一般规定

本标准所用试剂和水，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。

5 试验装置

5.1 流程

锰系臭氧分解催化剂活性试验装置示意图见图1。



说明：
1-1，1-2——转子流量计；
2-1～2-4——气体采样阀；
3-1，3-2——恒温水浴箱；
4-1，4-2——催化剂试料；
5-1，5-2——U 形反应管；
6-1，6-2——尾气吸收瓶。

图 1 锰系臭氧分解催化剂活性试验装置示意图

5.2 主要性能

锰系臭氧分解催化剂活性试验装置主要性能设计参数见表 1。

表 1 锰系臭氧分解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	φ11×1.5（石英玻璃管）
使用压力/MPa	常压
最高使用温度/℃	90
平行性（极差值）/%	≤ 1.0
复现性（极差值）/%	≤ 2.0

5.3 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 7 章和第 8 章的规定。

6 样品

6.1 实验室样品

按 GB/T 6678 的规定取得。

6.2 试样

取适量实验室样品，置于研钵内研碎，用孔径为 0.85 mm 和 1.18 mm 的试验筛（按照 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）筛分。取粒度为 0.85 mm～1.18 mm 的试样，按附录 A 的规定测定其

紧堆密度。

6.3 试料

根据试样的紧堆密度称取 2.0 mL 对应质量的试样，精确至 0.01 g，待用。

7 试验步骤

7.1 警示

本标准所涉及的试验用原料和尾气（含 O₃）对人体健康和安全具有中毒等危害，必须严防系统漏气，应配有必要的排风设备等预防设施。

7.2 原料气的配制

原料气中臭氧的质量浓度为 4 g/m³~6 g/m³，其余为空气。

7.3 试料的装填

将处理干净的粒度为 1.40 mm~2.00 mm 的石英砂用紧堆法装填至反应管内 1/3 的位置，在石英砂上面垫一层玻璃布，将催化剂试料（见 6.3）慢慢倒入反应管内，边倒边用木棒轻轻敲打反应管壁使催化剂床层装填紧密、均匀、平整，然后垫一层玻璃布，再用石英砂装填至距反应管入口截面 10 mm 左右的位置，将反应管放入水浴箱内并接入系统。

7.4 试漏

打开高纯氮钢瓶总阀，向系统通入氮气，并稳定在 0.2 MPa 压力，关闭系统进、出口阀门。如在 0.5 h 内压力下降小于 0.02 MPa，则视为系统密封。试漏符合要求后，打开系统出口阀，使系统压力降至常压。

7.5 活性测定

将水浴箱温度升至 30 ℃，向反应器内通入原料气，控制空速为 3 000 h⁻¹（空速相关流量校正见附录 B）、系统压力为常压。2 h 后，开始分析进出口气体中臭氧质量浓度（臭氧质量浓度的测定见附录 C），计算其转化率。每隔 0.5 h~1.0 h 分析一次。若连续 3 次分析臭氧转化率的极差值小于等于 1.0%，则可以结束试验。

7.6 停车

试验结束后，关闭臭氧发生器、水浴箱，系统排空。

8 试验数据处理

催化剂活性以臭氧转化率 E 计，按公式（1）计算：

$$E = \frac{w_1 - w_2}{w_1} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

w_1 ——进口气体中臭氧质量浓度的数值，单位为克每立方米（g/m³）；

w_2 ——出口气体中臭氧质量浓度的数值，单位为克每立方米（g/m³）。

取 3 次连续测定结果的算术平均值作为测定结果，3 次测定结果的极差值应不大于 1.0%。

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 6.2）分成若干份，依次加入 10 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 10 mL。

A.2 试样的称量

称量振实的 10 mL 试样（见 A.1）的质量，精确至 0.1 g。

A.3 紧堆密度的计算

催化剂紧堆密度 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 ——10 mL 量筒和 10 mL 试样的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——10 mL 量筒的质量的数值，单位为克（g）；

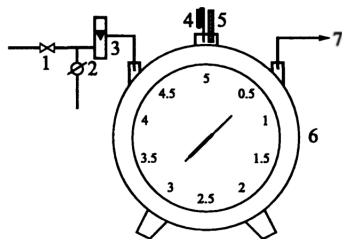
V ——试样的体积的数值，单位为毫升（mL）。

计算结果表示到小数点后 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)
转子流量计流量的校正

B.1 校正装置

转子流量计流量校正装置示意图见图 B.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 B.1 转子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。

B.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。

B.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 (B.1) 计算：

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

- 式中：
- Sv ——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)；

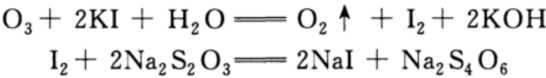
P ——测定时的大气压的数值，单位为帕斯卡 (Pa)；

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

附 录 C
(规范性附录)
气体中臭氧质量浓度的测定 (碘量法)

C.1 原理

臭氧与碘化钾反应生成碘和氧气,在弱酸性介质中,以淀粉指示液为指示剂,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定碘。反应方程式为:



C.2 试剂

C.2.1 碘化钾溶液: $c(\text{KI})=1.0 \text{ mol/L}$ 。

C.2.2 硫代硫酸钠标准滴定溶液: $c(\text{Na}_2\text{S}_2\text{O}_3)=0.1000 \text{ mol/L}$ 。

C.2.3 淀粉指示液: 10 g/L 。

C.3 仪器

C.3.1 医用注射器: 2 mL , 50 mL 。

C.3.2 锥形瓶: 50 mL 。

C.3.3 碱式滴定管: 25 mL 。

C.4 试验步骤

在 50 mL 锥形瓶中加入约 10.00 mL 碘化钾溶液,用橡胶塞塞紧并抽真空。用注射器直接抽取 2.0 mL 原料气或尾气,注入该锥形瓶中,充分摇荡使臭氧被碘化钾溶液完全吸收,加入 $1 \sim 2$ 滴淀粉指示液,用硫代硫酸钠标准滴定溶液滴定至无色为终点。

C.5 试验数据处理

原料气、尾气中臭氧质量浓度 w ,数值以克每立方米 (g/m^3) 表示,按公式 (C.1) 计算:

$$w = \frac{24.0cV_0}{V_1} \times 10^3 \quad \dots\dots\dots (\text{C.1})$$

式中:

c ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的浓度的准确数值,单位为摩尔每升 (mol/L);

V_0 ——硫代硫酸钠标准滴定溶液的体积的数值,单位为毫升 (mL);

V_1 ——气体的体积的数值,单位为毫升 (mL);

24.0 —— 1.0 mol/L 硫代硫酸钠标准溶液 1 mL 相当于 24.0 mg 臭氧。

中华人民共和国
化工行业标准

甲醇气相脱水制二甲醚催化剂活性试验方法、
锰系臭氧分解催化剂化学成分分析方法和活性试验方法
以及液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂化学成分分析方法
(2018)

HG/T 5417~5420—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3½ 字数79.4千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2549

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：50.00元

版权所有 违者必究

打印日期：2019年5月13日

