

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5579~5583—2019

---

对苯二甲酸加氢精制催化剂活性试验方法、  
聚氧化乙烯催化剂化学成分分析方法和  
活性试验方法、液化气中正构烯烃  
制异丁烯催化剂活性试验方法  
以及乙烯气相聚合催化剂  
化学成分分析方法  
(2019)

2019-12-24 发布

2020-07-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

## 目 录

HG/T 5579—2019	对苯二甲酸加氢精制催化剂活性试验方法 .....	( 1 )
HG/T 5580—2019	聚氧化乙烯催化剂化学成分分析方法 .....	( 9 )
HG/T 5581—2019	聚氧化乙烯催化剂活性试验方法 .....	(19)
HG/T 5582—2019	液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂活性试验方法 .....	(27)
HG/T 5583—2019	乙烯气相聚合催化剂化学成分分析方法 .....	(37)

ICS 71. 100. 99  
G 74

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5579—2019

---

### 对苯二甲酸加氢精制催化剂活性试验方法

Test method for catalytic activity of terephthalic acid hydrofining catalyst

2019-12-24 发布

2020-07-01 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：中国石油化工股份有限公司上海石油化工研究院、中国石化催化剂有限公司、西安凯立新材料股份有限公司、中石化南京化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：畅延青、周峰、朱庆才、查晓钟、刘燕、万克柔、樊小江、校大伟、邱爱玲。

## 对苯二甲酸加氢精制催化剂活性试验方法

### 1 范围

本标准规定了对苯二甲酸加氢精制催化剂活性试验方法。

本标准适用于以活性炭为载体、以钨为主要活性组分对苯二甲酸加氢精制催化剂。

### 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 6678 化工产品采样总则

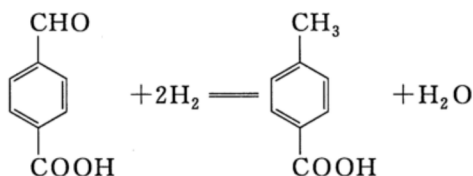
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 30921.1 工业用精对苯二甲酸（PTA）试验方法 第1部分：对羧基苯甲醛（4-CBA）和对甲基苯甲酸（*p*-TOL）含量的测定

GB/T 32685 工业用精对苯二甲酸（PTA）

### 3 原理

在高温、高压及催化剂作用下，粗对苯二甲酸中的对羧基苯甲醛与氢气发生反应，生成对甲基苯甲酸和水。其化学反应方程式如下：



通过测定生成物中对羧基苯甲醛的质量分数计算出对羧基苯甲醛的转化率，以此表征催化剂活性。

### 4 试剂或材料

4.1 精对苯二甲酸（PTA）：符合 GB/T 32685 的要求。

4.2 对羧基苯甲醛（4-CBA）：分析纯。

4.3 水：GB/T 6682 规定的二级水。

4.4 氨水：25%。

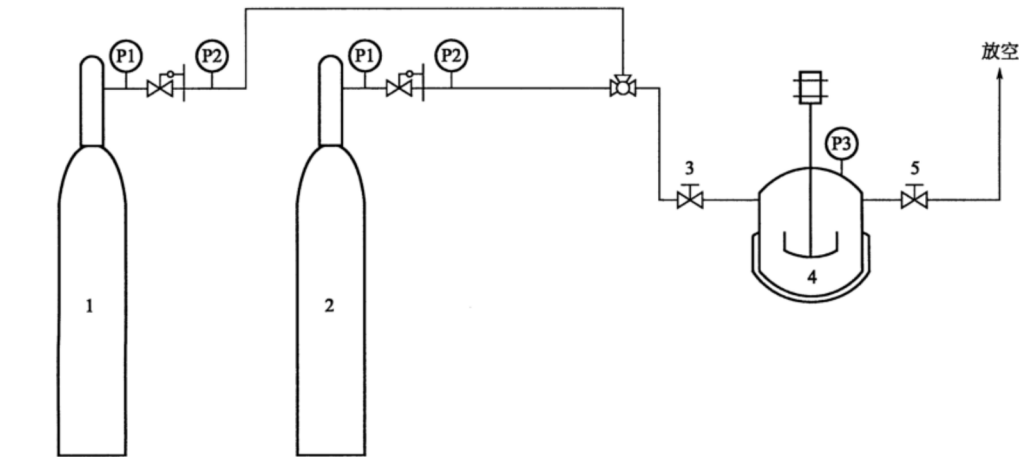
4.5 氢气：99.99%。

4.6 氮气：99.99%。

5 试验装置

5.1 装置

对苯二甲酸加氢精制催化剂活性试验装置示意图见图 1。



说明：

- 1——氮气钢瓶；
- 2——氢气钢瓶；
- 3——进气阀；
- 4——反应釜；
- 5——背压阀。

图 1 对苯二甲酸加氢精制催化剂活性试验装置示意图

5.2 主要性能

对苯二甲酸加氢精制催化剂活性试验装置主要性能参数见表 1。

表 1 对苯二甲酸加氢精制催化剂活性试验装置主要性能参数

项 目	性能参数
反应釜规格/L	2
最高使用压力/MPa	10
最高使用温度/℃	300
最高使用转速/(r/min)	1 000
平行性（绝对差值）/%	≤ 0.30
复现性（绝对差值）/%	≤ 0.30

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 中的规定取得。

### 6.2 试样

用四分法分取适量实验室样品，置于称量瓶中，于  $100\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$  烘箱中干燥 3h 后，取出，放入干燥器内，冷至室温，备用。

### 6.3 试料

称取  $2.00\text{ g}\pm 0.02\text{ g}$ （精确至  $0.001\text{ g}$ ）试样，备用。

## 7 试验步骤

### 7.1 警示

本标准所涉及的试验用原料和试剂对人体健康和安全具有中毒、易燃、易爆的危害，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设施。高压釜严禁带压进行拆卸操作；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。

### 7.2 反应釜的装料

在清洁、干燥的反应釜中依次加入  $30.0\text{ g}\pm 0.1\text{ g}$ （精确至  $0.01\text{ g}$ ）对苯二甲酸、 $0.1\text{ g}\pm 0.01\text{ g}$ （精确至  $0.001\text{ g}$ ）对羧基苯甲醛、 $850\text{ g}$ （精确至  $0.1\text{ g}$ ）水和催化剂试料（见 6.3），盖上釜盖，拧紧螺母后，将其接入系统。

### 7.3 系统试漏

打开氮气阀，向系统通入氮气，将系统升压至  $7.0\text{ MPa}$ ，关闭系统进出口阀门。如在  $15\text{ min}$  内压力下降小于  $0.1\text{ MPa}$ ，则视为系统密封。打开放空阀，系统泄压至常压。将测温热电偶插入热电偶套管内，关闭放空阀。

### 7.4 活性试验测定

将反应釜以  $200\text{ }^{\circ}\text{C}/\text{h}$  的速率升温加热，同时开启反应釜冷却水。开启搅拌，控制转速为  $300\text{ r}/\text{min}$ 。反应釜升温至  $275\text{ }^{\circ}\text{C}$  时，打开氢气阀，向反应釜内通入氢气，将釜内压力升至  $7.0\text{ MPa}$ 。控制并保持反应釜压力为  $7.0\text{ MPa}\pm 0.1\text{ MPa}$ 、温度为  $275\text{ }^{\circ}\text{C}\pm 0.5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。1h 后，结束试验。

### 7.5 停车取样

关闭气源、电源，反应釜自然冷却至  $60\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，关闭搅拌、冷却水。打开放空阀，使釜内压力降至常压，开启釜盖。称取  $315\text{ g}\pm 2\text{ g}$ （精确至  $0.1\text{ g}$ ）氨水，加入釜内，使结晶物溶解，搅拌均匀，取样  $50\text{ mL}\sim 80\text{ mL}$ ，备用。

### 7.6 对羧基苯甲醛质量分数的测定

取  $5\text{ mL}$  液体样品（见 7.5），用酸调节其 pH 至中性，再加水定容至  $50\text{ mL}$ 。按 GB/T 30921.1

中的离子交换色谱法测定反应液体中对羧基苯甲醛的质量分数，其中色谱柱为强碱性阴离子交换柱、进样量为 20  $\mu\text{L}$ ，以标准样品定性，采用外标法定量。

## 8 试验数据处理

催化剂活性以对羧基苯甲醛转化率  $E$  计，按公式 (1) 计算：

$$E = \frac{m_4 - (m_1 + m_2 + m_3 + m_4)w}{m_4} \times 100\% \quad \text{..... (1)}$$

式中：

$m_4$ ——加入对羧基苯甲醛的质量的数值，单位为克 (g)；

$m_1$ ——加入水的质量的数值，单位为克 (g)；

$m_2$ ——加入氨水的质量的数值，单位为克 (g)；

$m_3$ ——加入对苯二甲酸的质量的数值，单位为克 (g)；

$w$ ——反应液体中对羧基苯甲醛的质量分数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于 0.30%。