

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 5582—2019

液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂 活性试验方法

Test method of activity for catalyst from normal olefins to isobutene in liquefied gas

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：山东迅达化工集团有限公司、中石化南京化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：胡文斌、崔国栋、邢西猛、崔旭浩、杨金帅、邱爱玲、曾飞、陈延浩。

液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂活性试验方法

警示——本标准所涉及的试验用原料气和尾气（含 C₂、C₃、C₄ 等烃类）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、排风设备和防毒口罩等预防设施。

1 范围

本标准规定了液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂活性试验方法。

本标准适用于混合 C₄ 原料中正构烯烃制异丁烯用分子筛催化剂。

2 规范性引用文件

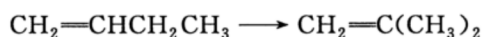
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件，仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件，其最新版本（包括所有的修改单）适用于本文件。

GB/T 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 6679 固体化工产品采样通则

3 原理

C₄ 原料中的正丁烯在催化剂作用下发生碳链异构反应生成异丁烯，其化学反应式如下：



通过分析反应前后气体中异丁烯的体积分数计算出单程异丁烯的收率，以此表征催化剂活性。

4 试验装置

4.1 装置

液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂活性试验装置示意图见图 1。

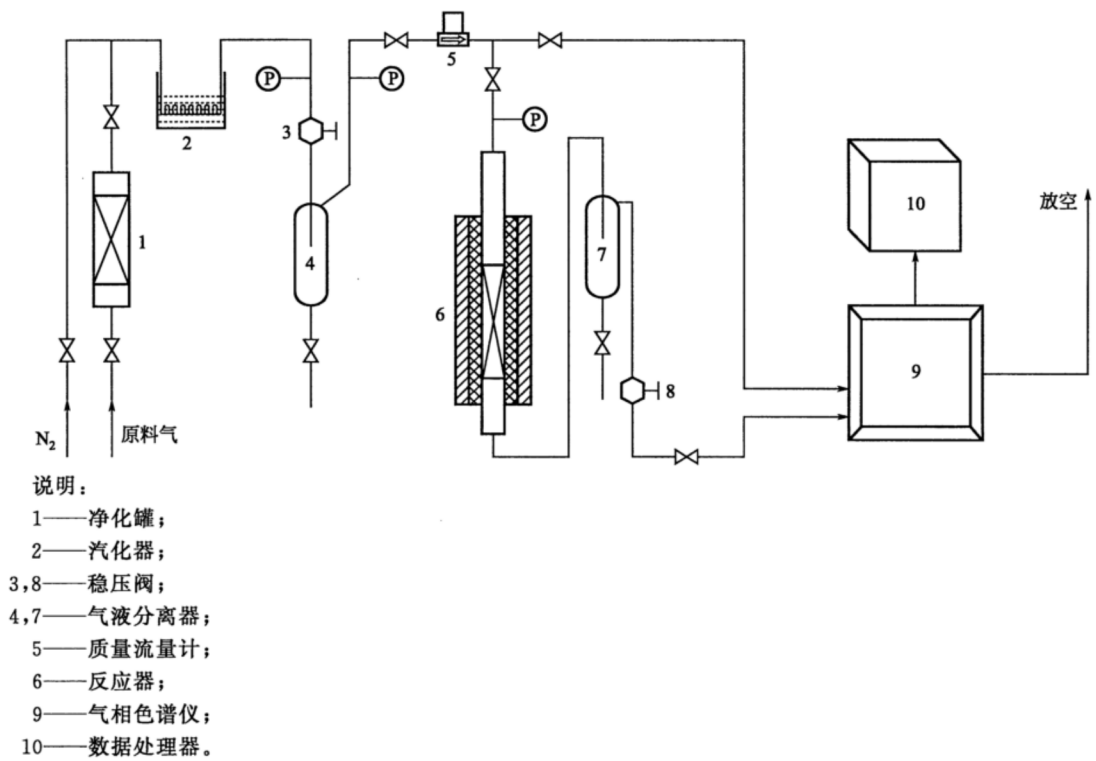


图 1 液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂活性试验装置示意图

4.2 主要性能

液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂活性试验装置主要性能参数见表 1。

表 1 液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂活性试验装置主要性能参数

项 目	指 标
反应器内径/mm	$\Phi 14 \times 4$
反应器等温区长度 ^a /mm	≥ 80
最高使用压力/MPa	1.0
最高使用温度/℃	500
复现性（绝对差值）/%	≤ 2.0
^a 反应器等温区长度的测定按附录 A 的规定。	

4.3 校验

正常情况下，试验装置的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 6679 的规定取得。

5.2 试样

取适量实验室样品，置于瓷研钵内破碎研细，用孔径为 1.18 mm 和 2.36 mm 的试验筛（按照 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）筛分。取粒度为 1.18 mm~2.36 mm 的试样，放入烘箱内，于 120℃±5℃干燥 2 h。取出，放在干燥器中冷却至室温，按附录 B 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 10 mL 对应质量的试样，精确至 0.1 g，待用。

6 试验步骤

6.1 原料气

以炼油厂或化工厂的混合 C₄（异丁烷 30%~40%，正丁烷 10%~15%，反丁烯 10%~20%，顺丁烯 10%~15%，正丁烯 10%~20%，异丁烯<1%，丙烯、丙烷合计约 5%）为原料气。

6.2 试料的装填

在反应器的反应管等温区底部垫一层不锈钢筛板，再在不锈钢筛板上加 3 层不锈钢丝网，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，测量其催化剂床层装填高度，再装入 10 mL 粒度为 2.5 mm~3 mm 的瓷球，轻轻敲实，拧紧反应器螺帽，将反应器接入试验系统。

6.3 系统试漏

打开氮气阀，向系统通入氮气，使压力稳定在 0.50 MPa，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排气，使系统压力降至常压。将测温热电偶插入热电偶套管内，使其热端位于催化剂床层中部。

6.4 测定

将反应器以 120℃/h 的速率升温至 300℃后，系统改通原料气，控制并调节其系统压力为 0.2 MPa、反应器温度为 300℃±1℃、质量空速为 1.0 h⁻¹。2 h 后，用色谱（色谱操作条件见表 2）分析反应器进出口气体中异丁烯的体积分数，计算其收率。每隔 1 h 分析一次。24 h 后，停止试验。取 24 h 数值的平均值作为催化剂的单程异丁烯收率的最终数值。

表 2 色谱操作条件

项 目	指 标
色谱柱	Al ₂ O ₃ 毛细管柱，50 m×0.53 mm×20 μm
柱温/℃	100
检测器温度/℃	300
氮气（载气）流量/(mL/min)	25
氢气流量/(mL/min)	30
空气流量/(mL/min)	400
进样量/μL	50

7 试验数据处理

液化气中正构烯烃制异丁烯催化剂活性以单程异丁烯收率 y 计, 按公式 (1) 计算:

$$y = \frac{w_2 - w_1}{w_3 - w_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

w_2 ——出口气中异丁烯的体积分数, 以%表示;

w_1 ——原料气中异丁烯的体积分数, 以%表示;

w_3 ——原料气中丁烯总量的体积分数, 以%表示。

取 24 h 连续测定结果的算术平均值作为测定结果。

附 录 A
(规范性附录)
反应器等温区长度的测定

A.1 装填

在反应器底部垫两层细不锈钢丝网，装入 1.4 mm~2.5 mm 的惰性瓷球，至距反应器入口截面 10 mm 左右的位置，敲实，拧紧反应器螺帽。将反应器接到试验装置中，试压、试漏至合格。向热电偶套管内插入热电偶。

A.2 测定步骤

向反应器内通入原料气，升温，将温度、压力、空速控制到催化剂活性试验条件，待条件稳定 2 h 后开始测定等温区。

具体按下列步骤进行：将热电偶插入反应器热电偶套管内的适当位置，记下热电偶插入反应器套管内的长度和相应的温度（即原点处的温度）。将热电偶沿反应器热电偶套管向外拉，每拉出 10 mm，等待 2 min~3 min，记录稳定后的温度，直至温度相差 2℃ 以上为止。再将热电偶向套管内插入，方法同上，直到热电偶插到原点位置为测定一次。按上述步骤重复测定一次。取两次测定的共同区间为该温度下等温区，该区间长度即为反应器等温区长度，单位为 mm。等温区内的温度差值应不大于 1℃，等温区长度应不小于 80 mm。

若所测量温度显示不出等温区，需将反应器拆下，调整电炉丝的疏密位置，然后重测等温区。

A.3 等温区的确定

根据测得的等温区长度，确定反应器底部装填瓷球的高度和催化剂试料装填高度，计算出热电偶的插入长度。

附 录 B
(规范性附录)
催化剂紧堆密度的测定

B.1 试样的堆积

将适量的试样（见 5.2）分成若干份，依次加入到 25 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。

B.2 试样的称量

称量振实的 10 mL 试样（见 B.1）的质量，精确至 0.01 g。

B.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（B.1）计算：

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

式中：

m_2 ——25mL 量筒和 10mL 试样的质量的数值，单位为克（g）；

m_1 ——25mL 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%。