

ICS 71.100.99  
G 74; G 75  
备案号: 56399~56400—2016

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2779~2780—2016

代替 HG/T 2779~2780—2009

---

### 一氧化碳耐硫变换催化剂 及其低压活性试验方法 (2016)

2016-10-22 发布

2017-04-01 实施

---

中华人民共和国工业和信息化部 发布



## 目 录

HG/T 2779—2016	一氧化碳耐硫变换催化剂 .....	(1)
HG/T 2780—2016	一氧化碳耐硫变换催化剂低压活性试验方法 .....	(9)



HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 2780—2016  
代替 HG/T 2780—2009

一氧化碳耐硫变换催化剂  
低压活性试验方法

Test method of activity  
for sulfur-tolerant carbon monoxide shift catalysts in low pressure

2016-10-22 发布

2017-04-01 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。

本标准代替 HG/T 2780—2009 《一氧化碳耐硫变换催化剂试验方法（低压部分）》。与 HG/T 2780—2009 相比，除编辑性修改外主要技术变化如下：

- 修改了一氧化碳耐硫变换催化剂主要性能参数（见表 1，2009 年版的表 1）；
- 修改了试验步骤中的部分内容（见 6，2009 年版的 6）；
- 修改了附录 A、附录 C、附录 D（见附录 A、附录 C、附录 D，2009 年版的附录 A、附录 C、附录 D）。

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、湖北双雄催化剂有限公司、淄博鲁源工业催化剂有限公司、华烁科技股份有限公司。

本标准主要起草人：史志刚、周志斌、徐东刚、李新怀、陈延浩。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为：

- HG 2780—1996；HG/T 2780—2009。





# 一氧化碳耐硫变换催化剂低压活性试验方法

警告——本标准所涉及的试验用原料气和尾气（含 H<sub>2</sub>、N<sub>2</sub>、CO、H<sub>2</sub>S、CH<sub>4</sub>、CO<sub>2</sub>、CS<sub>2</sub>）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设施。

## 1 范围

本标准规定了一氧化碳耐硫变换催化剂的低压活性试验方法。

本标准适用于工况压力小于 3.0 MPa 的合成氨及制氢等装置中一氧化碳加水蒸气制氢用一氧化碳耐硫变换催化剂。

## 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
- HG/T 2779 一氧化碳耐硫变换催化剂

## 3 原理

一氧化碳与水蒸气在催化剂作用下发生化学反应，生成二氧化碳和氢气。其化学反应方程式如下：



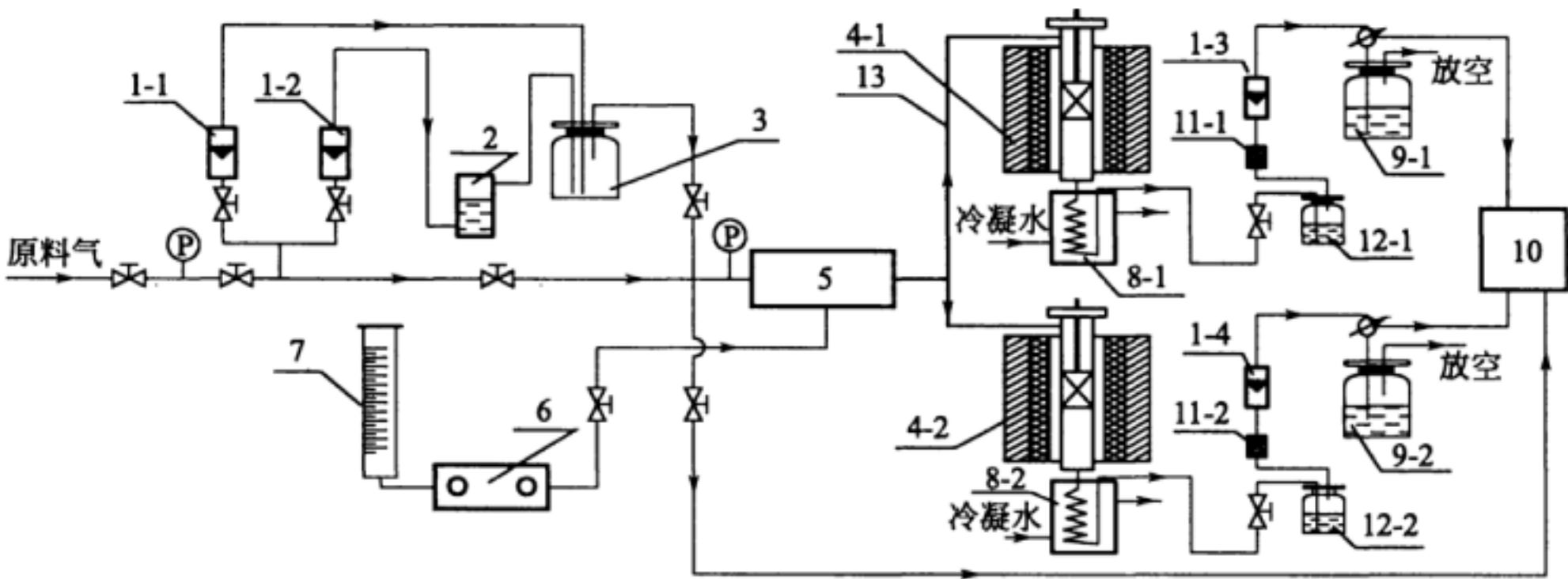
用气相色谱仪（或其他一氧化碳分析仪）分析反应前后气体中一氧化碳的体积分数，计算出其一氧化碳转化率，以此表征催化剂活性。

## 4 试验装置

### 4.1 流程

一氧化碳耐硫变换催化剂低压活性试验装置示意图见图 1。

HG/T 2780—2016



说明：

- 1-1~1-4——转子流量计；
- 2——CS<sub>2</sub>蒸发器；
- 3——气体混合瓶；
- 4-1, 4-2——反应器；
- 5——汽化器；
- 6——平流泵；
- 7——计量管；
- 8-1, 8-2——冷凝器；
- 9-1, 9-2——水封瓶；
- 10——气相色谱仪；
- 11-1, 11-2——脱硫器；
- 12-1, 12-2——碱洗瓶；
- 13——保温管。

图 1 一氧化碳耐硫变换催化剂低压活性试验装置示意图

4.2 主要性能

一氧化碳耐硫变换催化剂低压活性试验装置主要性能设计参数见表 1。

表 1 一氧化碳耐硫变换催化剂低压活性试验装置主要性能设计参数

项 目	参 数
反应器中反应管规格/mm	φ38×3
反应器等温区长度 <sup>a</sup> /mm	≥ 50
最高使用压力/MPa	3.0
最高使用温度/℃	500
平行性(绝对差值)/%	≤ 2
复现性(绝对差值)/%	≤ 3
<sup>a</sup> 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 采样

### 5.1 实验室样品

按 HG/T 2779 的规定取得。

### 5.2 试样

取适量实验室样品，用孔径为 4.0 mm 和 5.0 mm 的试验筛（符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）筛分。取粒度为 4.0 mm~5.0 mm 的试样，按附录 B 的规定测定其堆积密度。

### 5.3 试料

根据试样的堆积密度称取 30 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

原料气（以体积分数计）由一氧化碳（28 %~32 %）、二氧化碳（6 %~10 %）、氢气（35 %~55 %）、总硫（以  $\text{H}_2\text{S}$  计）大于 0.007 %、氧气小于 0.5 %，其余为惰性气体组成。

### 6.2 试料的填装

在反应器的反应管底部垫一层不锈钢筛板，将处理好的粒度为 4 mm~6 mm 的瓷球装入反应器内，敲实，填至测定等温区时所确定的位置。再在瓷球上加一层不锈钢筛板，将催化剂试料（见 5.3）分次小心倒入反应管内，轻轻敲击管壁使催化剂床层装填紧密、均匀、平整，测量其催化剂床层装填高度。然后加上一层不锈钢筛板，不锈钢筛板上再装入适量的粒度为 4 mm~6 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

打开原料气总阀，向系统内通入原料气，压力为 0.8 MPa。关闭系统进、出口阀门。保持 2 h，若系统压力下降小于 0.05 MPa，视为合格。试漏符合要求后停气，将热电偶插入热电偶套管内，使其热端位于气体入口催化剂床层内 5 mm 处。

### 6.4 升温硫化

向反应器内通入原料气，空速为  $750 \text{ h}^{-1}$ （空速相关流量的校正见附录 C），系统压力为常压。其升温硫化操作按表 2 的规定。反应器温度升至 180 °C 时，开始向原料气中配入总硫（以  $\text{H}_2\text{S}$  计）为  $50 \text{ g/Nm}^3 \sim 70 \text{ g/Nm}^3$  的硫化剂，直至反应器温度从 350 °C 降至 250 °C 时停止配硫，硫化结束。

表 2 硫化操作条件

温度范围/℃	升温速率/(℃/h)	所需时间/h
室温～250	60	4
250	0	6
250～350	50	2
350	0	4
350～250	自然降温	—

6.5 活性的测定

硫化结束后，将汽化器升温至约 280 ℃、保温管升温至约 180 ℃，切换原料气阀门，控制并调节系统压力为 0.8 MPa±0.02 MPa、原料气空速为 2 500 h<sup>-1</sup>±50 h<sup>-1</sup>、水蒸气与原料气体积比为 0.5±0.02（水蒸气与原料气体积比的测定见附录 D）、活性测定温度为 200 ℃±1 ℃，稳定并保持 3 h 后，每隔 1.5 h～2.0 h 测定一次反应器进出口气体中的一氧化碳体积分数，计算其一氧化碳转化率。当连续 3 次一氧化碳转化率的极差值不大于 1.0 % 时，可以结束试验。

关闭原料气总阀，系统排空降压，同时排放冷凝器中的冷凝水。当系统降至常压时，关闭平流泵，停止注水。最后切断系统电源。

7 结果计算

活性以一氧化碳转化率  $E$  计，按公式（1）计算：

$$E=\frac{\varphi_1-\varphi_2}{\varphi_1(100+\varphi_2)}\times100\%$$

..... (1)

式中：

- $\varphi_1$ ——原料气中一氧化碳体积分数，以 % 表示；
- $\varphi_2$ ——变换气中一氧化碳体积分数，以 % 表示。

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

附 录 A  
(规范性附录)  
反应器等温区长度的测定

### A.1 装填

在反应器底部垫一层不锈钢筛板，装满直径为 4 mm~6 mm 的瓷球，敲实，拧紧封头螺母。将反应器接到活性试验装置中，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并升温，将温度、压力、空速、水蒸气与原料气体积比控制在活性试验条件下，待条件稳定 2 h 后开始测定等温区。具体按下列步骤进行：

- a) 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热电偶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。随后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的等温区。
- b) 将反应器温度升至 420℃ 恒温，待条件稳定 2 h 后，按 a) 的步骤测定 210℃ 下的等温区。
- c) 取 200℃ 和 420℃ 的共同区间作为该反应器的等温区，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 50 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环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)  
催化剂堆积密度的测定

### 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 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。

### B.2 试样的称量

称量振实的 100 mL 试样（见 B.1）的质量，精确至 0.1 g。

### B.3 堆积密度的计算

催化剂堆积密度  $\rho$ ，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：

$m_2$ ——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）。

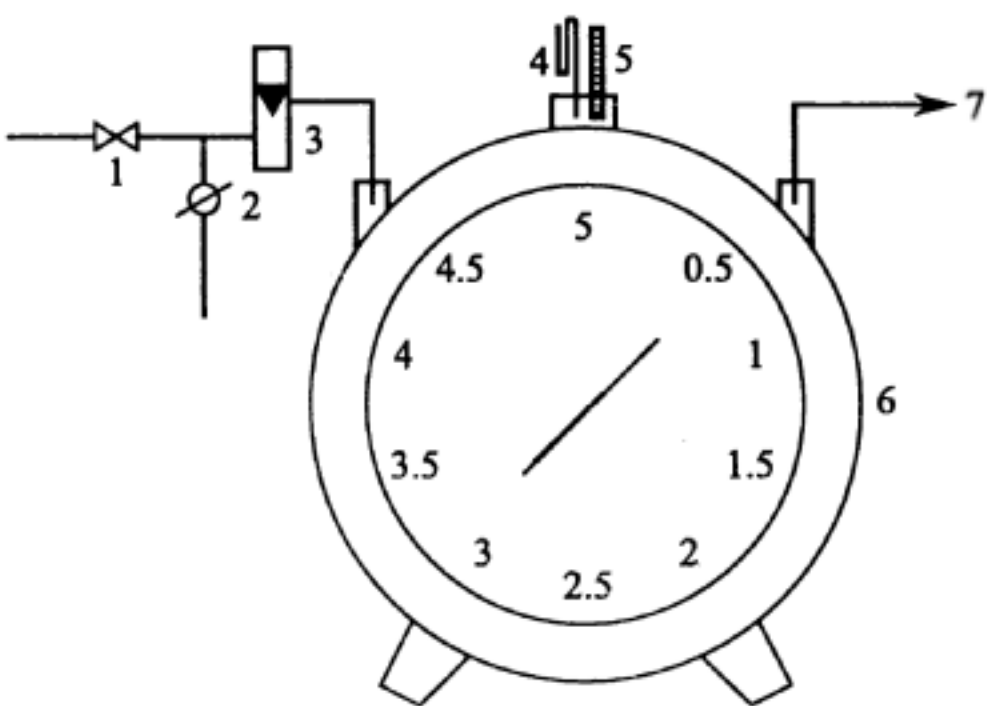
计算结果保留 3 位有效数字。

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 C  
(规范性附录)  
转子流量计流量的校正

C.1 校正装置

湿式气体流量计比对法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 湿式气体流量计比对法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，气体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，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，直至气体体积流量合格为止，确定转子流量计内浮子上端面的刻度位置。

C.3 结果计算

C.3.1 硫化时原料气空速

硫化时原料气的体积流量  $Q_1$ ，数值以毫升每分钟 (mL/min) 表示，按公式 (C.1) 计算：

$$Q_1 = \frac{SVV_{\text{cat}} p_0 T}{60 p T_0} \dots\dots\dots (C.1)$$

(19)

式中：

$SV$ ——空速的数值，单位为每小时 ( $\text{h}^{-1}$ )；

$V_{\text{cat}}$ ——催化剂试样的体积的数值，单位为毫升 ( $\text{mL}$ )；

$p_0$ ——标准状态下的大气压的数值，单位为帕斯卡 ( $\text{Pa}$ ) ( $p_0 = 101\,325$ )；

$p$ ——测定时的大气压的数值，单位为帕斯卡 ( $\text{Pa}$ )；

$T$ ——测定时的室温的热力学温度的数值，单位为开尔文 ( $\text{K}$ )；

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

### C.3.2 活性测定时原料气空速

活性测定时原料气的体积流量  $Q_2$ ，数值以毫升每分钟 ( $\text{mL/min}$ ) 表示，按公式 (C.2) 计算：

$$Q_2 = \frac{SVV_{\text{cat}}p_0T}{60pT_0} \left( 1 + \frac{\varphi_1 E}{10\,000} \right) \quad \dots\dots\dots (\text{C.2})$$

式中：

$SV$ ——空速的数值，单位为每小时 ( $\text{h}^{-1}$ )；

$V_{\text{cat}}$ ——催化剂试样的体积的数值，单位为毫升 ( $\text{mL}$ )；

$p_0$ ——标准状态下的大气压的数值，单位为帕斯卡 ( $\text{Pa}$ ) ( $p_0 = 101\,325$ )；

$p$ ——测定时的大气压的数值，单位为帕斯卡 ( $\text{Pa}$ )；

$T$ ——测定时的室温的热力学温度的数值，单位为开尔文 ( $\text{K}$ )；

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

$\varphi_1$ ——原料气中一氧化碳体积分数，以%表示；

$E$ ——一氧化碳转化率，以%表示。



**附 录 D**  
**(规范性附录)**  
**水蒸气与原料气体积比的测定**

**D.1 测定装置**

测定装置示意图见图 1。

**D.2 测定步骤****D.2.1 水消耗速率的测定**

启动平流泵，将平流泵的流量选择置于某一数据，待系统稳定 10 min 后，关闭玻璃下口瓶的出口考克，让计量管中的水进入平流泵，记下计量管中水的初始读数 ( $V_1$ ) 并用秒表同时开始计时，当时间达到约 10 min 时，记下计量管中水的终止读数 ( $V_2$ )。

**D.2.2 冷凝分离后的原料气流量的测定**

启动平流泵的同时向系统内通入原料气（反应器内全装瓷球），调节和控制原料气流量，同时向冷凝器内通入冷却水，保持系统稳定，尾气通入湿式气体流量计。在测定水消耗速率的同时记下湿式气体流量计的初始读数  $V_3$ ，并用秒表同时计时，当时间到约 10 min 时，记下湿式气体流量计的终止读数  $V_4$ 。

**D.3 结果计算****D.3.1 水消耗速率**

水消耗速率  $Q_{\text{水}}$ ，数值以毫升每分钟 (mL/min) 表示，按公式 (D.1) 计算：

$$Q_{\text{水}} = \frac{V_2 - V_1}{t} \quad \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：

$V_1$ ——水的初始读数的数值，单位为毫升 (mL)；

$V_2$ ——水的终止读数的数值，单位为毫升 (mL)；

$t$ ——测定所用时间的数值，单位为分钟 (min)。

**D.3.2 原料气流量**

原料气流量  $Q_{\text{气}}$ ，数值以升每分钟 (L/min) 表示，按公式 (D.2) 计算：

$$Q_{\text{气}} = \frac{V_4 - V_3}{t} \quad \dots\dots\dots (D.2)$$

式中：

$V_3$ ——湿式气体流量计的初始读数的数值，单位为升 (L)；

$V_4$ ——湿式气体流量计的终止读数的数值，单位为升 (L)；

$t$ ——测定所用时间的数值，单位为分钟 (min)。

## D. 3.3 水蒸气与原料气体积比

水蒸气与原料气体积比  $R$ ，按公式 (D. 3) 计算：

$$R = \frac{1.244 \rho_T Q_{\text{水}}}{Q_{\text{气}} f} \quad \dots\dots\dots (D. 3)$$

式中：

$\rho_T$ ——室温为  $T$  时水的密度的数值，单位为克每毫升 (g/mL)；

$Q_{\text{水}}$ ——水消耗速率的数值，单位为毫升每分钟 (mL/min)；

$Q_{\text{气}}$ ——原料气流量的数值，单位为升每分钟 (L/min)；

$f$ ——测定状况下的气体体积换算为标准状态下的气体体积的换算因子。

## D. 3.4 气体体积的换算因子

测定状况下的气体体积换算为标准状态下的气体体积的换算因子  $f$ ，按公式 (D. 4) 计算：

$$f = \frac{(p + p_1 - p_{\text{H}_2\text{O}}) T_0}{p_0 T} \quad \dots\dots\dots (D. 4)$$

式中：

$p$ ——测定时的大气压的数值，单位为帕斯卡 (Pa)；

$p_1$ ——湿式气体流量计上水压差计指示的数值，单位为帕斯卡 (Pa)；

$p_{\text{H}_2\text{O}}$ ——测定时的湿式气体流量计指示温度下饱和水蒸气分压的数值，单位为帕斯卡 (Pa)；

$p_0$ ——标准状态下的大气压的数值，单位为帕斯卡 (Pa) ( $p_0 = 101\,325$ )；

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

$T$ ——测定时的室温的热力学温度的数值，单位为开尔文 (K)。



中华人民共和国  
化工行业标准  
一氧化碳耐硫变换催化剂  
及其低压活性试验方法  
(2016)

HG/T 2779~2780—2016

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1 $\frac{3}{4}$  字数37千字

2017年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2260

---

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：26.00元

版权所有 违者必究