

ICS 71. 100. 99
G 74
备案号：56397—2016

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5036—2016

常温有机硫转化吸收催化剂 催化性能试验方法

Test method of catalytic performance
for organic sulfur conversion absorption catalysts at room temperature

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、南化集团研究院。

本标准主要起草人：孟坚、张清建、魏华、王先厚、陈延浩。

常温有机硫转化吸收催化剂催化性能试验方法

1 范围

本标准规定了常温有机硫转化吸收催化剂的催化性能即活性试验方法。
本标准适用于脱除工业原料气中微量硫氧化碳和/或二硫化碳的常温转化吸收催化剂。

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 6678 化工产品采样总则

3 原理

原料气中的硫氧化碳和/或二硫化碳与水在常温有机硫转化吸收催化剂作用下发生化学反应生成硫化氢和二氧化碳，硫化氢再与氧气反应生成单质硫和水。其化学反应方程式如下：



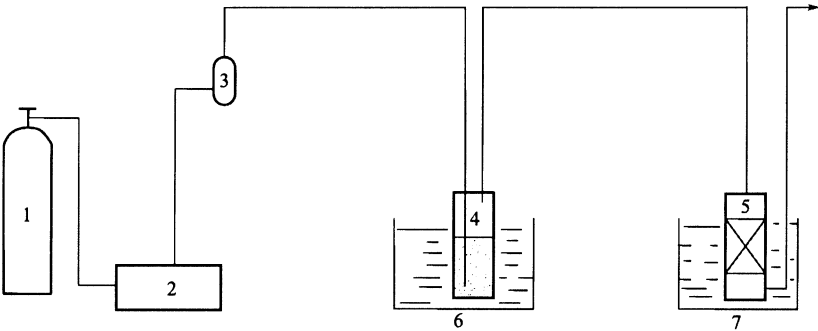
用气相色谱仪测定反应前后气体中硫氧化碳和/或二硫化碳的体积分数，计算出硫氧化碳和/或二硫化碳的转化率。当转化率等于95 %时，计算出催化剂吸入的硫氧化碳和/或二硫化碳质量与吸硫前质量之比，以此表征催化剂的活性。

4 试验装置

4.1 流程

常温有机硫转化吸收催化剂活性试验装置示意图见图1。

HG/T 5036—2016



说明：

- 1 原料气钢瓶；
- 2 缓冲罐；
- 3 流量计；
- 4 水汽饱和器；
- 5 反应器；
- 6、7 恒温水浴。

图 1 常温有机硫转化吸收催化剂活性试验装置示意图

4.2 主要性能

常温有机硫转化吸收催化剂活性试验装置主要性能设计参数见表 1。

表 1 常温有机硫转化吸收催化剂活性试验装置主要性能设计参数

项 目	性能参数
反应管规格(硬质玻璃管)/mm	φ30×2
最高使用压力/MPa	0.2
最高使用温度/℃	100
平行性(极差值)/ %	≤ 5
复现性(极差值)/ %	≤ 5

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 GB/T 6678 的规定取得。

5.2 试样

取适量实验室样品，将长度处理成 φ(3 mm~4 mm)×(3 mm~5 mm)，用孔径为 2.5 mm 和 3.2 mm 的试验筛（符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）筛分。置于电热鼓风干燥箱中，在 120℃±5℃ 下干燥 2 h，于干燥器中冷至室温，按附录 A 的规定测定其堆积密度。

5.3 试料

根据试样的堆积密度称量 30 mL 对应质量的试样，精确至 0.1 g，待用。

6 试验步骤

6.1 警告

本标准所涉及的试验用原料气和尾气（含 CO_2 、 COS 、 CS_2 、 O_2 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设施。

6.2 原料气

原料气（以体积分数计）由氧气（1 %）、硫氧化碳（ $500 \times 10^{-6} \sim 1\,500 \times 10^{-6}$ ）或二硫化碳（ $500 \times 10^{-6} \sim 1\,500 \times 10^{-6}$ ），其余为氮气组成。

6.3 试料的装填

将 40 mL 处理干净的粒度为 3 mm~5 mm 的惰性瓷球装入反应管内，敲实。在惰性瓷球上加一层不锈钢丝网，将催化剂试料小心倒入反应管内，轻轻敲击管壁使催化剂床层装填紧密。然后加上一层不锈钢丝网，不锈钢丝网上装入 40 mL 粒度为 3 mm~5 mm 的惰性瓷球，轻轻敲实。将反应器接入试验系统。

6.4 系统试漏

打开氮气总阀，向系统内通入氮气，并稳定在 0.2 MPa。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，使系统降至常压。

6.5 活性的测定

打开原料气阀门，控制并调节其系统压力为常压、活性测定温度为 $30\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ 、空速为 $1\,000\text{ h}^{-1} \pm 10\text{ h}^{-1}$ （气体相关流量的校正见附录 B）、水汽饱和器温度控制在 $25\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 1\text{ }^{\circ}\text{C}$ ，稳定 1 h 后，开始用气相色谱仪（FPD 检测器）分析反应前后气体中硫氧化碳（或二硫化碳）的体积分数，计算出硫氧化碳（或二硫化碳）的转化率。然后每隔 0.5 h 测定一次。当转化率接近 95 % 时，每 10 min 测定一次。当连续 3 次测定转化率大于或接近 95 % 时，可以结束试验。以最接近 95 % 转化率的测定时间计为穿透时间。

7 结果计算

7.1 硫氧化碳（或二硫化碳）转化率

硫氧化碳（或二硫化碳）转化率 E ，按公式（1）计算：

$$E = \frac{y_1 - y_2}{y_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

y_1 ——反应器进口硫氧化碳（或二硫化碳）的体积分数，以 10^{-6} 表示；

y_2 ——反应器出口硫氧化碳（或二硫化碳）的体积分数，以 10^{-6} 表示。

HG/T 5036—2016

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 2.0 %。

7.2 活性

活性以催化剂试料所吸硫氧化碳（或二硫化碳）的质量与吸硫前质量之比 S 计，按公式（2）计算：

$$S = \frac{(y_1 - y_2)SVt}{\alpha d \times 10^9} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (2)$$

式中：

y_1 ——反应器进口硫氧化碳（或二硫化碳）的体积分数，以 10^{-6} 表示；

y_2 ——反应器出口硫氧化碳（或二硫化碳）的体积分数，以 10^{-6} 表示；

SV ——空速的数值，单位为每小时（ h^{-1} ）；

t ——穿透时间的数值，单位为小时（ h ）；

d ——催化剂堆积密度的数值，单位为克每毫升（ g/mL ）；

α ——换算系数的数值（ $22.4/m_{\text{COS}}$ 或 $22.4/m_{\text{CS}_2}$ ），单位为毫升每克（ mL/g ）。

附 录 A
(规范性附录)
催化剂堆积密度的测定

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 0.1 g。

A.3 堆积密度的计算

催化剂堆积密度 ρ ，数值以 g/mL 表示，按公式（A.1）计算：

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

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）。

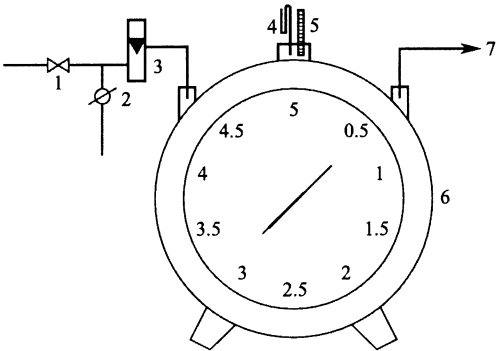
计算结果保留 3 位有效数字。

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 B
(规范性附录)
转子流量计流量的校正

B.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 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 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。

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 结果计算

原料气的体积流量 Q ，数值以毫升每分钟 (mL/min) 表示，按公式 (B.1) 计算：

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

(20)

式中：

SV ——原料气的空速的数值，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) ($p_0 = 101\,325$)；

p ——测定时的大气压的数值，单位为帕斯卡 (Pa)；

T ——测定时室温的热力学温度的数值，单位为开尔文 (K)；

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