

ICS 71.100.99

G 74

备案号: 60505~60509—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5189~5193—2017

常温有机硫转化吸收催化剂和 甲醇制氢催化剂化学成分分析方法、 甲醇制丙烯催化剂反应性能试验方法以及 甲醇制低碳烯烃催化剂化学成分分析方法和积炭的测定 (2017)

2017-11-07 发布

2018-04-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

目 录

HG/T 5189—2017	常温有机硫转化吸收催化剂化学成分分析方法	(1)
HG/T 5190—2017	甲醇制丙烯催化剂反应性能试验方法	(13)
HG/T 5191—2017	甲醇制低碳烯烃催化剂化学成分分析方法	(23)
HG/T 5192—2017	甲醇制低碳烯烃催化剂积炭的测定	(37)
HG/T 5193—2017	甲醇制氢催化剂化学成分分析方法	(45)

ICS 71. 100. 99
G 74
备案号: 60508—2018

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5192—2017

甲醇制低碳烯烃催化剂积炭的测定

Test methods of coke for methanol to light olefins catalyst

2017-11-07 发布

2018-04-01 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：北京低碳清洁能源研究所、江苏天诺新材料科技股份有限公司、太原大成环能化工技术有限公司、南化集团研究院。

本标准主要起草人：盖青青、李晶、邢爱华、胡思、李晓峰、龙银花、窦涛。

甲醇制低碳烯烃催化剂积炭的测定

1 范围

本标准规定了用热重分析法测定甲醇制低碳烯烃（Methanol to olefin, MTO）催化剂积炭的试验方法。

本标准适用于 SAPO-34 分子筛为活性组分的催化剂催化以煤基或天然气基合成的甲醇制低碳烯烃反应时催化剂上积炭含量的测定。

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 6679 固体化工产品采样通则

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

热重分析 thermogravimetric analysis (TGA)

在一定条件下测量试样的质量与温度或时间关系的技术。

3.2

积炭 coke

甲醇制低碳烯烃反应过程中在催化剂活性中心和催化剂孔道内生成并导致催化剂活性降低或消失的各种有机物沉积。

3.3

积炭量 coke content

甲醇制低碳烯烃催化剂干基（即扣除在热分析仪中 200 °C 以内物理吸附的水或其他有机化合物后的催化剂）充分氧化后的失重量占干基质量的百分比。

4 原理

在不同的气氛中，催化剂的质量随温度的变化而发生变化。用热重分析仪记录升温过程中催化剂试样的质量与温度的变化关系，即热重（TGA）曲线。从 TGA 曲线上查得甲醇制低碳烯烃催化剂积炭的含量。热重（TGA）典型曲线参见附录 A。

5 样品

5.1 实验室样品

按 GB/T 6679 中的规定取得。

5.2 试样

将实验室样品混合均匀，用四分法称取 2 g~3 g 试样。将试样放入恒温干燥箱中，105 ℃ 恒温 2 h，然后取出，置于干燥器内，冷却至室温。

5.3 试料

称取 20 mg~30 mg 催化剂试样，精确至 0.1 mg。备用。

6 仪器设备

6.1 热重分析仪：温度可达 1 000 ℃、感量为 0.01 mg、能记录 TGA 曲线，并配有气源。保护气为氮气、氦气等惰性气体，纯度大于 99.999 %；反应气为空气、氧气或其他浓度的配气。

6.2 分析天平：感量为 0.1 mg。

6.3 三氧化二铝坩埚。

7 试验步骤

7.1 打开热重分析仪，接通保护气氮气，保持气体流量为 20 mL/min~40 mL/min。

7.2 对热重分析仪进行校正：校正采用的工作条件（温度、气氛、流速）与实验条件相同。

7.2.1 重量校正：采用标准砝码或随机附带的经溯源标定的砝码进行校正。

7.2.2 基线校正：依不同机型，按仪器操作规范进行正确基线校正。

7.3 将催化剂试料置于热天平的样品盘中。

7.4 以氮气为反应气，调节反应气流量为 20 mL/min，于 30 ℃ 保持 5 min，然后以 10 ℃/min 的速率将炉温升至 200 ℃，保持 10 min，记录此时的试料的质量 m_1 。

7.5 切换反应气为空气或氧气，以 10 ℃/min 的速率将炉温升至 850 ℃，直至恒重，根据 TGA 曲线记录此时的质量 m_2 。

8 试验数据处理

催化剂的积炭量 w_1 ，按公式（1）计算：

$$w_1 = \frac{m_1 - m_2}{m_1} \times 100 \% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

m_1 ——200 ℃ 后剩余试料的质量的数值，单位为毫克（mg）；
 m_2 ——试样在空气与氧气、氮气与氧气或氦气与空气的混合气体的条件下 850 ℃ 恒重时的质量的数值，单位为毫克（mg）。

9 精密度

在重复性或再现性条件下，获得两次独立测试结果的绝对差值在 95 % 置信概率下应不大于以下

的规定：

重复性限 $r = 0.102 + 0.022 m$

再现性限 $R = 0.690 + 0.037 m$

m 为所测得的甲醇制低碳烯烃催化剂的积炭量。

附 录 A
(资料性附录)
热重 (TGA) 典型曲线

甲醇制低碳烯烃催化剂热重 (TGA) 典型曲线见图 A. 1。其测试条件为：样品质量 30.00 mg，加热速率 10 °C/min，保护气为氮气 (20 mL/min)，30 °C ~ 200 °C 反应气为氮气 (20 mL/min)、200 °C ~ 850 °C 反应气为空气 (20 mL/min)。

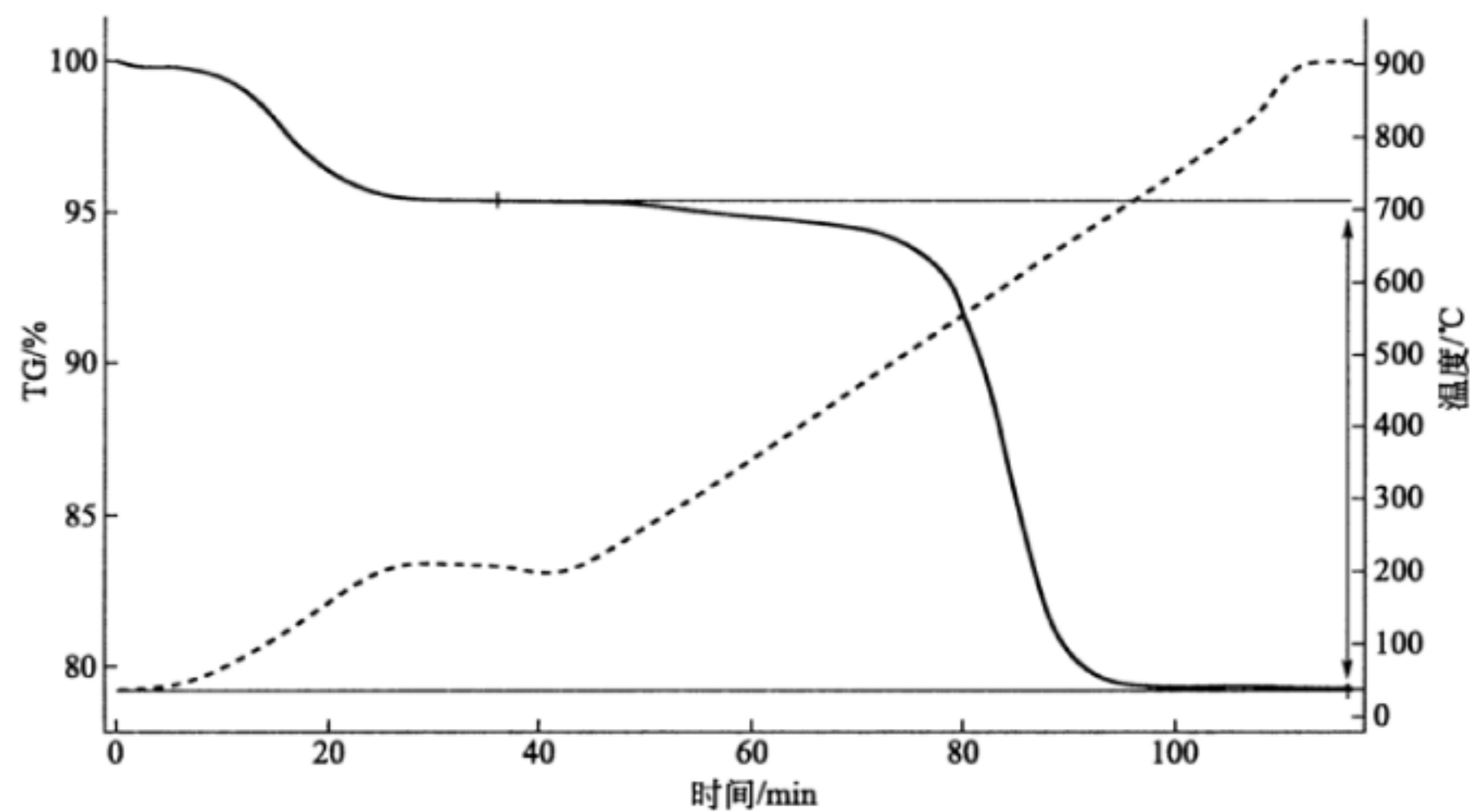


图 A. 1 甲醇制低碳烯烃催化剂热重 (TGA) 典型曲线