

ICS 71. 100. 99  
G 74  
备案号: 65338—2018

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5402—2018

---

### 丙烯聚合催化剂活性试验方法 丙烯（本体）聚合法

Test method of activity for propylene polymerization  
catalyst—Propylene (bulk) polymerization

2018-10-22 发布

2019-04-01 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：中国石化催化剂有限公司、中国石油化工股份有限公司北京化工研究院、南化集团研究院。

本标准主要起草人：付文文、罗志强、孙晓薇、常震宇、崔海祥、周俊领、殷喜平、李叶。

## 丙烯聚合催化剂活性试验方法

### 丙烯（本体）聚合法

**警示——**使用本标准的人员应有正规实验室工作的实践经验。本标准并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施，并保证符合国家有关法规规定的条件。

#### 1 范围

本标准规定了用丙烯（本体）聚合法测定丙烯聚合催化剂活性的试验方法。

本标准适用于采用丙烯（本体）聚合法测定丙烯聚合催化剂的活性。

#### 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 6379.2 测量方法与结果的准确度（正确度与精密度） 第2部分：确定标准测量方法重复性与再现性的基本方法。

#### 3 方法概要

本标准采用的是丙烯本体法测定聚丙烯催化剂的活性，即取一定量的催化剂、助剂及丙烯加入到丙烯聚合釜，在指定温度下聚合反应一定时间，通过得到的聚合物质量计算催化剂的活性。

#### 4 试剂

4.1 氮气：纯度大于等于99.999 %（体积分数），水含量小于等于5  $\mu\text{g/g}$ ，氧含量小于等于2  $\mu\text{g/g}$ 。

4.2 氢气：纯度大于等于99.999 %（体积分数），水含量小于等于5  $\mu\text{g/g}$ ，氧含量小于等于2  $\mu\text{g/g}$ 。

4.3 液态丙烯：聚合级，纯度大于等于99.6 %（质量分数）。

4.4 己烷：水含量小于等于5  $\mu\text{g/g}$ 。

4.5 三乙基铝：纯度大于等于97.0 %（质量分数）。

4.6 甲基环己基二甲氧基硅烷：纯度大于等于99.5 %（质量分数）。

4.7 三乙基铝己烷溶液：0.5 mol/L。

在氮气干箱里，量取7 mL三乙基铝，加入到95.5 mL己烷中，摇匀。

4.8 甲基环己基二甲氧基硅烷己烷溶液：0.1 mol/L。

在氮气干箱里，量取2 mL甲基环己基二甲氧基硅烷，加入到98.0 mL己烷中，摇匀。

## 5 仪器设备

5.1 分析天平：感量 0.1 mg。

5.2 电子天平：感量 0.1 g。

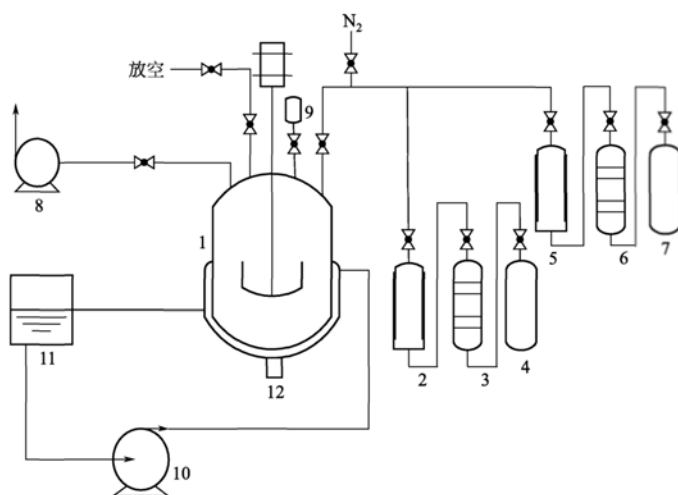
5.3 氮气干箱。

5.4 注射器：2 mL，5 mL，10 mL。

## 6 试验装置

### 6.1 流程

丙烯聚合催化剂活性试验装置示意图见图 1。



说明：

- 1——聚合反应釜（5 L）；
- 2——丙烯计量罐（10 L）；
- 3——丙烯净化塔；
- 4——丙烯钢瓶；
- 5——氢气计量罐（500 mL）；
- 6——氢气净化塔；
- 7——氢气钢瓶；
- 8——真空泵；
- 9——加料器；
- 10——水泵；
- 11——水循环系统；
- 12——出料口。

图 1 丙烯聚合催化剂活性试验装置示意图

### 6.2 主要性能

丙烯聚合催化剂活性试验装置主要性能参数见表 1。

表 1 丙烯聚合催化剂活性试验装置主要性能参数

项 目	性 能 参 数
聚合反应釜	不锈钢制成，密封可耐压 4.0 MPa，采用锚式搅拌，容积为 5 L，有下底阀出料口
丙烯计量罐	10 L，带有液位计
氢气计量罐	500 mL
真空泵	抽速 8 L/s，极限压力 $4 \times 10^{-2}$ Pa，功率 1.1 kW
丙烯储罐	300 L

## 7 试验步骤

### 7.1 评价条件

丙烯聚合催化剂活性试验条件见表 2。

表 2 丙烯聚合催化剂活性试验条件

项 目	条 件
反应物料加入量	氢气/MPa
	0.2 <sup>a</sup>
	催化剂干粉/mg
	6~12 <sup>b</sup>
	三乙基铝/mL
	5.0
	甲基环己基二甲氧基硅烷/mL
	1.0
	己烷/mL
	10.0
	丙烯/L
	2.3
聚合温度/℃	70±1
聚合时间/h	2 <sup>c</sup>
反应搅拌转速/(r/min)	300~350
<sup>a</sup> 加氢量可根据下游厂家要求变动，加氢量为氢气计量罐的压力差。 <sup>b</sup> 样品加入量以聚合物粉料质量不大于 800 g 得出，可根据催化剂活性高低调整催化剂加入量。 <sup>c</sup> 聚合时间可根据客户要求变动。	

### 7.2 聚合反应釜的准备

7.2.1 聚合反应釜加压、试漏，检查聚合釜的气密性。

7.2.2 开启反应釜搅拌，转速调节至 100 r/min±10 r/min。

7.2.3 将聚合釜升温至 70℃~75℃，用真空泵静抽不少于 2 min，并用气相丙烯充分置换反应釜不少于 5 次后，用气相丙烯将釜内充至压力为 0.05 MPa~0.10 MPa，然后关闭搅拌，备用。

### 7.3 原料及助剂的准备

7.3.1 打开丙烯计量罐进料阀门，将丙烯原料通过净化塔引入丙烯计量罐，然后关闭计量罐进料阀

门。计量罐内液态丙烯装入量不超过计量罐体积的 3/4。

7.3.2 在氮气箱内，用 2 mL 注射器抽取一定量的催化剂样品，在分析天平上准确称量 ( $m_0$ )。

7.3.3 在氮气箱内，用 2 mL、5 mL、10 mL 注射器按 7.1 所述条件分别量取甲基环己基二甲氧基硅烷、三乙基铝溶液和己烷，备用。

#### 7.4 催化剂和助剂的加入及过程控制

7.4.1 开启聚合釜搅拌，将转速调节至 100 r/min $\pm$ 10 r/min。

7.4.2 开启聚合釜放空阀，放掉釜内气相丙烯，开启加料器氮气阀，将加料器置于氮气保护下。

7.4.3 在加料器中加入备好的三乙基铝溶液和甲基环己基二甲氧基硅烷溶液。

7.4.4 用装有催化剂样品（质量为  $m_0$ ）的注射器吸取加料器中的混合液，将催化剂加入到混合液中。

7.4.5 开启聚合釜与加料器之间的进料阀，将含有催化剂的混合物加入釜内，用备好的 10 mL 己烷分两次冲洗注射器，并加入聚合釜中，关闭进料阀和放空阀。

7.4.6 打开氢气阀，加入 7.1 规定的氢气量，然后关闭氢气阀。

7.4.7 打开液相丙烯进料阀，加入 7.1 规定的液相丙烯量，然后关闭进料阀。搅拌转速调整至 300 r/min $\sim$ 350 r/min，通过调温水系统对反应釜进行升温。

7.4.8 当反应釜温度达到 70 $^{\circ}$ C 时开始计时，反应 2 h。通过调温水将反应釜温度控制在 70 $^{\circ}$ C $\pm$ 1 $^{\circ}$ C。

#### 7.5 出料

7.5.1 聚合反应到前 1 min，关闭搅拌。

7.5.2 聚合反应到后，通过调温水对聚合釜进行降温，通过放空阀缓慢对反应釜卸压。

7.5.3 开启搅拌，将转速调节至 100 r/min $\pm$ 10 r/min。

7.5.4 依次打开聚合釜氮气阀和下底阀，在氮气吹排下釜底出料，无聚合物从下底阀流出时关闭下底阀。

7.5.5 将聚合物粉料放置在通风橱内静置 10 min，称量 ( $m_1$ )。

### 8 试验数据处理

催化剂活性 AC，数值以 10<sup>4</sup> gPP/gCat 表示，按公式 (1) 计算：

$$AC = \frac{m_1}{m_0/1\,000} \times 10^{-4} = \frac{1\,000m_1}{m_0} \times 10^{-4} \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

$m_1$ ——聚合反应后得到的聚合物粉料的质量的数值，单位为克 (g)；

$m_0$ ——加入催化剂的质量的数值，单位为毫克 (mg)。

## 9 精密度

### 9.1 概述

本标准的精密度是采用丙烯（本体）聚合法建立的，采用 4 个水平的丙烯聚合催化剂，在 8 个实验室进行协同试验得到（每个水平在每个实验室各进行 3 次平行试验），然后按照 GB/T 6379.2 进行数据统计后确定方法的重复性标准差和再现性标准差，按照 GB/T 6379.2 确定重复性限  $r$  和再现性限  $R$ 。按下述规定判断试验结果的可靠性（95 % 的置信水平）。

### 9.2 重复性 ( $r$ )

在同一个实验室，由同一操作者使用相同设备，按相同的测试方法，并在短时间内对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于  $0.60 \times 10^4$  gPP/gCat。

### 9.3 再现性 ( $R$ )

在不同的实验室，由不同的操作者使用不同的设备，按相同的测试方法，对同一被测对象相互独立进行测试获得的两次独立测试结果的绝对差值不大于  $0.67 \times 10^4$  gPP/gCat。

## 10 结果报告

取两次重复测定结果的算术平均值为测定结果，结果保留 2 位有效数字。

---

中华人民共和国  
化工行业标准  
丙烯聚合催化剂活性试验方法  
丙烯（本体）聚合法

HG/T 5402—2018

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 $\frac{3}{4}$  字数15.1千字

2019年3月北京第1版第1次印刷

书号：155025·2543

---

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：14.00元

版权所有 违者必究