

ICS 71. 100. 99

G 75

备案号: 15005—2005

# HG

## 中华人民共和国化工行业标准

HG 3550—2004

代替 HG 3550—1990, HG 2272—1992

---

### 氨合成催化剂

Ammonia synthesis catalyst

2004-12-14 发布

2005-06-01 实施

---

中华人民共和国国家发展和改革委员会 发布

## 前 言

本标准的第3章为强制性的,其余为推荐性的。

本标准代替 HG 3550—1990《A110 型系列氨合成催化剂》、HG 2272—1992《A201 型氨合成催化剂》。

本标准与 HG 3550—1990 和 HG 2272—1992 相比主要变化如下:

- 标准名称修订为:氨合成催化剂;
- 标准范围增加了 A202、A203、A207、A301 型氨合成催化剂;
- 取消了原标准技术要求中的“主要物理性质和化学组分”的内容;
- 对原标准技术要求中的项目“耐热前、后活性”统一调整为“耐热后活性”;
- 修改了检验规则和标志、包装、贮存、运输的部分内容;
- 增加了规范性附录“氨合成催化剂活性测定条件”(见附录 A);
- 修改了氧化钴质量分数的测定的附录(1992 年版的附录 A;本版的附录 B)。

本标准的附录 A、附录 B 为规范性附录。

本标准由中国石油和化学工业协会提出。

本标准由全国肥料和土壤调理剂标准化技术委员会化肥催化剂标准化分技术委员会(SAC/TC105/SC1)归口。

本标准起草单位:南化集团研究院、临朐大祥精细化工有限公司。

本标准主要起草人:陈延浩、龚世斌、史志刚、李辉。

本标准所代替标准的历次版本发布情况为:

- HG 3550—1990(原专业标准编号为 ZB G 75010—1990);
- HG 2272—1992。

# 氨合成催化剂

## 1 范围

本标准规定了 A110 系列(包括 A110-1、A110-2、A110-3、A110-4、A110-5Q、A110-6)、A201、A202、A203、A207、A301 型等氨合成催化剂的要求、试验方法、检验规则和标志、包装、贮存、运输。

本标准适用于氨合成装置中,氢和氮反应制取氨用的 A110 系列(包括 A110-1、A110-2、A110-3、A110-4、A110-5Q、A110-6)、A201、A202、A203、A207、A301 型等氨合成催化剂。

## 2 规范性引用文件

下列文件中的条款通过本标准的引用而成为本标准的条款。凡是注日期的引用文件,其随后所有的修改单(不包括勘误的内容)或修订版均不适用于本标准,然而,鼓励根据本标准达成协议的各方研究是否可使用这些文件的最新版本。凡是不注日期的引用文件,其最新版本适用于本标准。

GB/T 191 包装储运图示标志(GB/T 191—2000,eqv ISO 780:1997)

GB/T 1250 极限数值的表示方法和判断方法

GB/T 6678 化工产品采样总则(GB/T 6678—1996,neq ASTM E300—1983)

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法(GB/T 6682—1992,neq ISO 3696:1987)

GB/T 3545 氨合成催化剂试验方法

GB/T 3696.2 无机化工产品 化学分析用杂质标准溶液的制备(GB/T 3696.2—2002,neq ISO 6353-1:1982)

GB/T 3696.3 无机化工产品 化学分析用试剂及制品的制备(GB/T 3696.3—2002,neq ASTM E 200—1997)

国家质量技术监督局第 4 号令 产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法 1999 年 4 月 1 日

## 3 要求

氨合成催化剂的技术要求应符合表 1 的规定。

表 1 氨合成催化剂的技术要求

项 目		指 标					
		A110 系列	A201	A202	A203	A207	A301
耐热后活性(出口氨体积分数),%	≥	13.5	13.8	13.8	13.8	13.8	13.5
氧化钴(Co <sub>3</sub> O <sub>4</sub> )质量分数,%	≥	—	2.0	0.4	—	1.0	—
注 1:指标中的“—”表示该型号催化剂的技术要求中没有此项目。							
注 2:A110 系列耐热后活性测定温度为 425℃,A201、A202、A203、A207 耐热后活性测定温度为 415℃,A301 耐热后活性测定温度为 400℃。							

## 4 试验方法

### 4.1 耐热后活性的测定

各型号催化剂分别按 GB/T 3545 和附录 A 的相关规定。

### 4.2 氧化钴质量分数的测定

按附录 B 的规定。

## 5 检验规则

5.1 产品的质量由生产厂的质量监督检验部门负责检验。产品未经检验合格不准出厂。出厂产品应附有质量证明书,其内容包括:产品名称、型号、批号、生产日期、生产厂名称、产品质量检验内容及结果、执行标准号等。

5.2 产品按检验批检验,每个检验批量不超过 40 t。一个检验批可由基本相同的材料、工艺、设备等条件下制造出来的若干个生产批构成,但若干个生产批构成一个检验批的时间不得超过两个月。

5.3 产品按 GB/T 6678 的规定确定抽样单元数(见表 2)。从随机选定的每个抽样单元中抽出不少于 50 mL 样品,抽得样品充分混合均匀后缩分成 1 L 的样量,然后以四分法分为试验样和保留样,并分别装入样品瓶内密封。样品瓶上应贴标签,说明产品名称、型号、批号、批量、抽样日期、抽样人等。其中保留样宜保留一年,以备查核。

表 2 抽样单元数的确定

总包装单元数	抽样单元数	总包装单元数	抽样单元数
1~10	全部总包装单元数	182~216	18
11~49	11	217~254	19
50~64	12	255~296	20
65~81	13	297~343	21
82~101	14	344~394	22
102~125	15	395~450	23
126~151	16	451~512	24
152~181	17	>512	$3 \times \sqrt[3]{N}^a$

<sup>a</sup> N 为总包装单元数;如遇小数,则抽样单元数进为整数。

5.4 如果检验结果中有一项指标不符合表 1 的规定时,允许按 5.3 的规定重新抽样进行复检,其中当总包装单元数不超过 22 时,抽样单元数为总包装单元数;当总包装单元数大于 22 时,抽样单元数为表 2 中相应抽样单元数的两倍。复检结果若仍有一项指标不符合表 1 的规定时,则该批产品判为不合格产品。

5.5 需方有权按本标准规定的试验方法和检验规则对产品进行检验。供需双方对产品质量发生异议需仲裁时,应按国家质量技术监督局第 4 号令《产品质量仲裁检验和产品质量鉴定管理办法》(1999 年 4 月 1 日)的有关规定执行。

5.6 按 GB/T 1250 规定的“修约值比较法”判定检验结果是否符合本标准。

## 6 标志、包装、贮存、运输

6.1 包装桶上应有清晰、牢固的标志,标明产品名称、型号、商标、净含量、生产厂名称和地址,醒目标明 GB/T 191 中规定的“怕雨”、“禁止翻滚”标志。

6.2 产品宜用铁桶或聚乙烯塑料桶包装,并应附有质量合格证,该证内容包括:产品名称、型号、批号、生产日期、生产厂名称、合格签章等。包装时应注意密封防潮。

6.3 包装好的产品应贮存在干燥的仓库内,严防污染受潮。

6.4 运输装卸时严禁摔滚和撞击。在运输中应有防雨设施。

## 附 录 A

(规范性附录)

## 氨合成催化剂活性测定条件

## A.1 升温还原

A110 系列、A201、A202、A203、A207 型氨合成催化剂还原操作条件见表 A.1, A301 型氨合成催化剂还原操作条件见表 A.2。

表 A.1 A110 系列、A201、A202、A203、A207 型氨合成催化剂还原操作条件

温度范围,℃	升温速率,℃/h	所需时间,h	条 件
室温~350	80	4	空速: $3.0 \times 10^4 \text{ h}^{-1}$ 压力:5 MPa
350~450	50	2	
450	0	16	
450~475	25	1	
475	0	12	
475~500	25	1	
500	0	4	

表 A.2 A301 型氨合成催化剂还原操作条件

温度范围,℃	升温速率,℃/h	所需时间,h	条 件
室温~400	125	3	空速: $3.0 \times 10^4 \text{ h}^{-1}$ 压力:5 MPa
400	0	2	
400~425	25	1	
425	0	6	
425~450	25	1	
450	0	10	
450~475	25	1	
475	0	4	
475~500	25	1	
500	0	4	

## A.2 耐热后活性测定

耐热和活性测定条件见表 A.3。

表 A.3 耐热和活性测定条件

型 号	耐 热 条 件				测 定 条 件		
	空速, $\text{h}^{-1}$	压力,MPa	温度,℃	时间,h	空速, $\text{h}^{-1}$	压力,MPa	温度,℃
A110 系列	$3.0 \times 10^4$	10	500	20	$3.0 \times 10^4$	15	425
A201	$3.0 \times 10^4$	10	500	20	$3.0 \times 10^4$	15	415
A202	$3.0 \times 10^4$	10	500	20	$3.0 \times 10^4$	15	415
A203	$3.0 \times 10^4$	10	500	20	$3.0 \times 10^4$	15	415
A207	$3.0 \times 10^4$	10	500	20	$3.0 \times 10^4$	15	415
A301	$3.0 \times 10^4$	10	500	20	$3.0 \times 10^4$	15	400

## 附 录 B

(规范性附录)

## 氧化钴质量分数的测定

## B.1 原理

试样用酸溶解,在 pH5.5~pH6.0 的乙酸钠介质中,钴、铁与亚硝基红盐生成可溶性的有色络合物,但当加入硫酸时,铁等干扰元素与亚硝基红盐生成有色络合物便会分解,借此进行钴的比色测定。

## B.2 试剂和材料

**B.2.1** 测定时所用试剂和水,在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 中规定的三级水;测定时所需杂质标准溶液、制剂及制品,在没有注明其他规定时,均按 GB/T 3696.2、GB/T 3696.3 的规定制备。

**B.2.2** 盐酸。

**B.2.3** 硫酸溶液:1+2。

**B.2.4** 硝酸溶液:1+1。

**B.2.5** 乙酸钠溶液:500 g/L。

**B.2.6** 磷酸。

**B.2.7** 亚硝基红盐:5 g/L。

**B.2.8** 不含钴的 A110 系列氨合成催化剂。

**B.2.9** 硫磷混酸:取硫酸 150 mL 注入盛有 700 mL 水的烧杯中,冷却后再加入磷酸 150 mL,摇匀。

**B.2.10** 钴(Co)标准溶液(1 mg/mL):称取 2.630 g 无水硫酸钴[用硫酸钴( $\text{CoSO}_4 \cdot 7\text{H}_2\text{O}$ )于 500℃~550℃灼烧至质量恒定],溶于水,移入 1 000 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

**B.2.11** 钴(Co)标准溶液(0.2 mg/mL):吸取钴标准溶液(B.2.10)20.0 mL,移入 100 mL 容量瓶内,加水稀释至刻度,摇匀。

## B.3 仪器

分光光度计:具有 530 nm 波长。

## B.4 分析步骤

## B.4.1 试样的制备

将催化剂样品混合均匀,用四分法取约 100 g,在钢臼内破碎研细。再用四分法取约 50 g,用玛瑙研钵研细,使之全部通过 0.15 mm 的试验筛,放入称量瓶中,置于干燥器内保存,供分析使用。

粉碎样品所用钢臼内部应干燥、清洁、无锈斑,粉碎样品前应应用少量样品在钢臼内研碎两次,以清洗钢臼。

粉碎样品的过程应尽量短,以减少样品暴露在空气中的时间。

## B.4.2 试剂溶液的制备

称取研细的试样约 0.1 g(精确至 0.000 1 g),置于 150 mL 锥形瓶中,加盐酸 10 mL,加热溶解,蒸至近干。再加入硫磷混酸(B.2.9)10 mL,继续加热并滴加硝酸溶液(B.2.4)氧化,直至冒白烟时取下锥形瓶,稍冷后加入少量水,使盐类溶解,移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀,干过滤。

## B.4.3 工作曲线绘制

称取按 B.4.1 制备的不含钴的 A110 系列氨合成催化剂(B.2.8)试样约 0.1 g,按 B.4.2 制备成试

料溶液。取 5 个 150 mL 锥形瓶,依次加入钴(Co)标准溶液(B.2.11);0.00,0.50 mL,1.00 mL,1.50 mL,2.00 mL。然后分别移取该不含钴的 A110 系列氨合成催化剂(B.2.8)试样的试料溶液各 10 mL,置于每个锥形瓶中,并加亚硝基红盐(B.2.7)20 mL,加乙酸钠溶液(B.2.5)10 mL 摇匀,加热至沸约 1 min~2 min 后,随即加入硫酸溶液(B.2.3)10 mL,流水冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。以试剂空白为参比,用 0.5 cm 吸收池,于 530 nm 波长处测量吸光度,绘制工作曲线。

### B.5 试料溶液的测定

移取试料溶液(B.4.2)10 mL,置于 150 mL 锥形瓶中,加亚硝基红盐(B.2.7)20 mL,加乙酸钠溶液(B.2.5)10 mL 摇匀,加热至沸约 1 min~2 min 后,随即加入硫酸溶液(B.2.3)10 mL,流水冷却至室温,移入 100 mL 容量瓶中,加水稀释至刻度,摇匀。

用 0.5 cm 吸收池,于 530 nm 波长处测量吸光度。根据吸光度,从工作曲线上查得试料溶液中的含钴量。

### B.6 结果计算

氧化钴( $\text{Co}_3\text{O}_4$ )的质量分数( $W$ ),数值以%表示,按式(B.1)计算:

$$W = \frac{m_1 \times 10^{-3} \times 1.3620}{m_0 \times 10/100} \times 100 \quad \text{..... (B.1)}$$

式中:

$m_0$ ——称取试料的质量的数值,单位为克(g);

$m_1$ ——从工作曲线上查得被测溶液中含钴的质量的数值,单位为毫克(mg);

1.3620——钴(Co)换算为四氧化三钴( $\text{Co}_3\text{O}_4$ )的系数。

取两次平行测定结果的算术平均值为测定结果。

### B.7 允许差

两次平行测定结果的绝对差值,应小于等于 0.10%。