

ICS 71.100.99
G 74



中华人民共和国国家标准

GB/T 31196—2014

GB/T 31196—2014

硫磺尾气加氢催化剂活性试验方法

Test method of activity for sulfur exhaust hydrogenation catalyst

中华人民共和国
国家标准
硫磺尾气加氢催化剂活性试验方法
GB/T 31196—2014

*

中国标准出版社出版发行
北京市朝阳区和平里西街甲2号(100029)
北京市西城区三里河北街16号(100045)
网址 www.spc.net.cn
总编室:(010)64275323 发行中心:(010)51780235
读者服务部:(010)68523946
中国标准出版社秦皇岛印刷厂印刷
各地新华书店经销

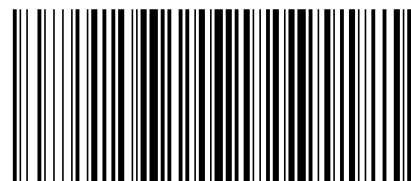
*

开本 880×1230 1/16 印张 0.75 字数 14 千字
2014年9月第一版 2014年9月第一次印刷

*

书号: 155066·1-49896 定价 16.00 元

如有印装差错 由本社发行中心调换
版权专有 侵权必究
举报电话:(010)68510107



GB/T 31196-2014

2014-09-03 发布

2015-05-01 实施

中华人民共和国国家质量监督检验检疫总局
中国国家标准化管理委员会 发布

附录 A
(规范性附录)

反应器等温区长度的测定

- A.1 在反应器底部垫两层细不锈钢丝网,装入 1.4 mm~2.5 mm 的瓷球,装填至距反应器入口截面 10 mm 左右的位置,并敲实,拧紧反应器螺帽。将反应器接到试验装置中,试压试漏至合格,向热电偶套管内插入热电偶。
- A.2 向反应器内通入原料气并升温,将温度、压力、空速与原料气体积比控制在活性试验的条件下,待条件稳定 2 h 后开始测定等温区。
- A.3 将热电偶插入反应器电偶套管内的适当位置,记下热电偶插入反应器电偶套管内的长度和相应的温度(即原点处的温度)。将热电偶沿反应器电偶套管向外拉,每拉出 10 mm,等 2 min~3 min,记录稳定后的温度,直至温度相差 2 °C 以上为止。随后再将热电偶合同号反应器电偶套管内插入,方法同上,直到热电偶插到原点位置为测定一次。
- A.4 按 A.3 的步骤再重复测定一次,到两次测定的共同区间为该温度下的等温区。
- A.5 将反应器温度控制在 280 °C 恒温,将压力、空速、气体的组成控制在催化剂预硫化的试验条件下,待稳定 2 h 后,按 A.3 和 A.4 的步骤测定 280 °C 下的等温区。
- A.6 取 280 °C 和 335 °C 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 ≤ 1 °C,等温区长度应 ≥ 80 mm。
- A.7 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.8 根据测得等温区的长度,确定反应器内不锈钢筛板的固定位置和催化剂试料装填高度,计算出热电偶插入的长度。

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/TC 63/SC 10)归口。

本标准起草单位:山东迅达化工集团有限公司、山东齐鲁科力化工研究院有限公司、淄博鲁源工业催化剂有限公司、南化集团研究院。

本标准主要起草人:胡文宾、王强、燕京、徐东刚、崔国栋、邢西猛、杨旭辉、胡希堂、路远方。

6.4 活性测定

6.4.1 测定条件

根据硫磺尾气加氢催化剂在工业装置中使用情况的差异,实验室采用不同的活性试验条件,具体见表3。

表3 活性试验条件

项 目	条件一	条件二	条件三	条件四
催化剂试样装填量/mL	30.0			
原料气(干气)的空速/h ⁻¹	1 400±50			
水蒸气与干气体积比	0.42±0.02			
系统压力/kPa	≤ 50			
活性测定温度/℃	335.0±1.0	300.0±1.0	335.0±1.0	300.0±1.0
原料气(干气)组成	H ₂ S:1.9%~2.1%,SO ₂ :0.9%~1.1%, CS ₂ :0.35%~0.45%,H ₂ :5.0%~ 5.5%,CO ₂ :9.0%~11.0%,其余为N ₂		H ₂ S:1.9%~2.1%,SO ₂ :0.9%~1.1%, CS ₂ :0.35%~0.45%,H ₂ :8.0%~ 8.5%,CO ₂ :9.0%~11.0%,其余为N ₂	

6.4.2 测定方法

硫化结束后,使反应器以120℃/h左右的速率继续升温,升至活性测定温度后,改通原料气,控制并调节好气体流量,同时开启平流泵向系统加入去离子水。在表3的活性试验条件下稳定2h后,开始用色谱(操作条件见表4)分析反应器进出口气体中的二氧化硫、二硫化碳的体积分数及出口有机硫含量(将尾气通过预先处理过的吸附管,使硫化氢、二氧化硫在吸附管中被吸附,而其他微量的有机硫化物进入高温石英管中与氧气混合燃烧生成二氧化硫,再进入滴定池与碘反应,消耗的碘由电解碘化钾得到补充。根据法拉第电解定律,由电解所消耗的碘量计算出样品中的有机硫含量,测定按GB/T 11060.4的规定),并计算二氧化硫转化率和有机硫水解率。每隔1h分析一次,连续运行24h后,停止试验。取24h数值的平均值作为催化剂的二氧化硫转化率和有机硫水解率的最终数值。

表4 色谱操作条件

项 目	条 件
色谱柱	载体:GDX-301,柱长:4 m,外径:4 mm
载气体积流量/(mL/min)	40(H ₂)
柱温/℃	120
热导池温度/℃	170
汽化室温度/℃	150
数据处理器	色谱工作站

6.5 停车

试验结束后,关闭平流泵,停止注水;关闭除氮气外的其余气源,进行系统吹扫至少1h;再关闭氮

硫磺尾气加氢催化剂活性试验方法

警告:本标准涉及的试验用原料气和尾气(含H₂,N₂,H₂S,SO₂,CS₂,CO₂)对人体健康和安全性具有中毒、易燃、易爆危害,必须严防系统漏气,现场禁止有明火,并且应配有必要的灭火器材、排风设备和防毒口罩等预防设施。

1 范围

本标准规定了硫磺尾气加氢催化剂的活性试验方法。

本标准适用含硫化氢酸性气为原料的克劳斯硫回收工艺中,以氧化钴、氧化钼为主活性组分,以氧化铝为载体的非低温型硫磺尾气加氢催化剂。

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。

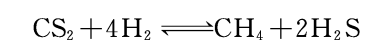
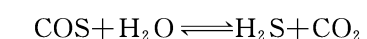
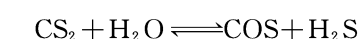
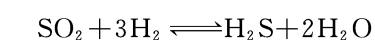
GB/T 6003.1—2012 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛

GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 11060.4 天然气 含硫化合物的测定 第4部分:用氧化微库仑法测定总硫含量

3 原理

原料气中的二氧化硫与氢气在催化剂的作用下,发生化学反应生成硫化氢和水;原料气中的二硫化碳与水在催化剂的作用下,水解生成硫氧化碳和硫化氢,硫氧化碳再水解生成硫化氢和二氧化碳;原料气中的微量二硫化碳加氢生成甲烷和硫化氢。其化学反应方程式如下:



用气相色谱仪和微库仑仪分析反应前、后气体中二氧化硫、硫氧化碳和二硫化碳的体积分数,计算出二氧化硫转化率和有机硫水解率,以此表征催化剂活性。

4 实验装置

4.1 流程

硫磺尾气加氢催化剂活性试验装置示意图见图1。