

ICS 71.100.99
G 74



中华人民共和国国家标准

GB/T 31193—2014

GB/T 31193—2014

二氧化钛型硫磺回收催化剂活性试验方法

Test method of activity for titanium oxide type sulfur recovery catalyst

中华人民共和国
国家标准
二氧化钛型硫磺回收催化剂活性试验方法
GB/T 31193—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: 155066·1-49897 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 31193-2014

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,将温度控制在 230 °C,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,取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 320 °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、A.4 的步骤测定 320 °C 下的等温区。
- A.6 取 230 °C 和 320 °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:南化集团研究院、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。

本标准主要起草人:邱爱玲、胡文宾、燕京、陈延浩、徐东刚、王强、朱敦富、崔国栋、邢西猛。

表 2 活性试验条件

项 目	条 件 一	条 件 二
催化剂试料装填量/mL	30	
原料气(干气)的空速/h ⁻¹	1 500±50	
水蒸气与干气体积比	0.35±0.02	0.38±0.02
系统压力/kPa	≤ 50	
活性测定温度/℃	320.0±1.0	230.0±1.0
原料气(干气)组成	H ₂ S:2.0%~2.2%, SO ₂ :1.9%~2.1%, CS ₂ :0.9%~1.1%, O ₂ :0.18%~0.22%, CO ₂ :19.0%~21.0%, 其余为 N ₂	H ₂ S:2.0%~2.2%, SO ₂ :0.9%~1.1%, CO ₂ :19.0%~21.0%, 其余为 N ₂

6.3.2 测定方法

打开氮气阀门,使反应器以 120 °C/h 左右的速率升温,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 2 的活性试验条件下稳定 2 h 后,开始用色谱(操作条件见表 3)分析反应器进出口气体中的硫化氢、二氧化硫、二硫化碳的体积分数,并计算其总硫转化率和有机硫水解率。每隔 1 h 分析一次,连续运行 24 h 后,停止试验。取 24 h 数值的平均值作为催化剂的总硫转化率和有机硫水解率的最终数值。

表 3 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

6.4 停车

试验结束后,先关闭平流泵,停止注水,再关闭除氮气外的其余气源,进行系统吹扫(至少 1 h),最后关闭氮气,切断系统电流。

7 结果计算

7.1 条件一(一级反应器)

7.1.1 总硫转化率

催化剂的总硫转化率 E_1 按式(1)计算:

二氧化钛型硫磺回收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 N₂、CO₂、CS₂、H₂S、SO₂)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、排风设备和防毒口罩等预防设施。

1 范围

本标准规定了二氧化钛型硫磺回收催化剂活性试验方法。

本标准适用于含硫化氢酸性气为原料的克劳斯硫回收工艺中,以 TiO₂ 为主要活性组分的硫磺回收催化剂。

2 规范性引用文件

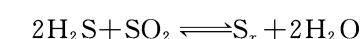
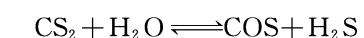
下列文件对于本文件的应用是必不可少的。凡是注日期的引用文件,仅注日期的版本适用于本文件。凡是不注日期的引用文件,其最新版本(包括所有的修改单)适用于本文件。

GB/T 6003.1—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

3 原理

原料气中的二硫化碳与水在催化剂的作用下,发生水解反应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;硫化氢与二氧化硫在催化剂的作用下,发生化学反应生成单质硫和水。其化学反应方程式如下:



用气相色谱分析反应前、后气体中硫化氢、二氧化硫、二硫化碳、硫氧化碳等的体积分数,计算出其总硫转化率和有机硫水解率,以此表征催化剂的活性。

4 试验装置

4.1 流程

二氧化钛型硫磺回收催化剂活性试验装置示意图见图 1。