

## 甲烷化催化剂试验方法

---

**1 主题内容与适用范围**

本标准规定了甲烷化催化剂的活性、颗粒抗压碎强度、磨耗率、烧失重及镍含量的试验方法。

本标准适用于合成氨及制氢系列装置内使气体中少量碳氧化物加氢生成甲烷的 J 101、J 105、J 106 Q 型甲烷化催化剂。

**2 引用标准**

GB/T 3635 化肥催化剂、分子筛、吸附剂颗粒抗压碎强度测定方法

GB/T 3636 化肥催化剂、分子筛、吸附剂磨耗率测定方法

GB 6003 试验筛

ZB/T G 75 003 化肥催化剂烧失重分析方法

HG/T 2511 甲烷化催化剂化学成份分析方法

HG/T 2513 氧化锌脱硫剂试验方法

**3 活性试验****3.1 活性试验原理**

合成氨的氢氮气或富氢气中含有少量的碳的氧化物，在甲烷化催化剂的作用下生成甲烷，其化学反应式如下：

**3.2 活性试验流程**

活性试验流程见图 1。如原料气中无硫和反应器等温区能达到要求的长度，则可不要脱硫炉和预热炉。

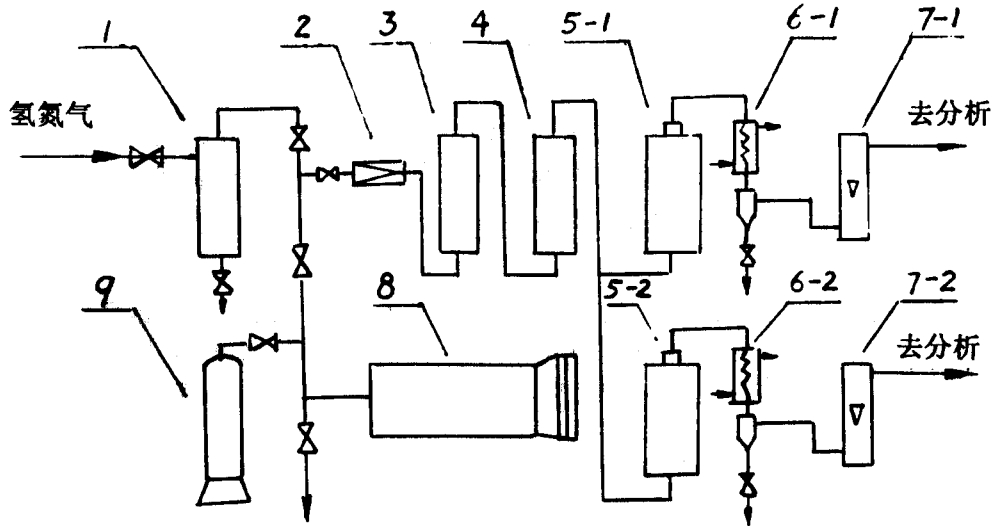


图1 活性试验流程示意图

1—氢氮气油水分离器； 2—稳压阀； 3—脱硫炉； 4—预热炉； 5-1、5-2—甲烷化反应器；  
6-1、6-2—冷凝器； 7-1、7-2—流量计； 8—配气瓶（罐）； 9—二氧化碳钢瓶

3.3 活性试验条件

本标准采用单管反应器，活性试验条件见表1。

表1 活性试验条件

型 号		J 101、J 106 Q	J 105
条 件			
反应管规格		Φ38×3.5 mm	
催化剂装量		30 mL	
催化剂粒度		原粒度	
系统压力		2.0 MPa	
活性测试温度		300±1℃	
原料气组成		CO <sub>2</sub> (1.2±0.1) %，余为3:1氢氮气	
空速		7 000±200 h <sup>-1</sup>	10 000±200 h <sup>-1</sup>
耐 热 试 验	温度	550±4℃	650±4℃
	空速	4.5×10 <sup>3</sup> h <sup>-1</sup>	8.0×10 <sup>3</sup> h <sup>-1</sup>
	时间	1 h	
	压力	常压	
	气体成分	氢氮气	

### 3.4 活性试验过程

#### 3.4.1 试样的准备及反应器的填装

将催化剂试验样用 1.70 mm 孔径试验筛（符合 GB 6003 中 R 40/3 系列）筛除粉末，剔除半片，再用 250 mL 量筒紧密堆积 100 mL 完整粒度试样并称量，求得堆密度，然后称取相当于 30 mL 质量的试样。

将处理好的 2~3 mm 石英砂装入反应管内，轻轻敲击振实，填至规定高度，加一层合金网，倒入备好的试样并振实，再加一层合金网，最后再装入石英砂至热电偶套管顶端处，拧紧反应管端头螺母。

#### 3.4.2 系统试漏

将填装好的反应管接入系统，关闭所有出口阀和放空阀，通入氢氮气，使系统升压至 2.5 MPa，停止通气，在 5 min 内视其压力不降即可。否则应用发泡液检查，对漏气处进行处理。试漏合格后，将系统压力泄至常压，插入热电偶，使其端点在催化剂床层内距气体进口 10 mm 的中心点上。

#### 3.4.3 升温还原

催化剂升温还原条件见表 2。

表 2 升温还原条件

条 件 \ 型 号	J 101、J 106 Q	J 105
空速	$4.5 \times 10^3 \text{ h}^{-1}$	$8.0 \times 10^3 \text{ h}^{-1}$
温度	400℃	450℃
时间	4 h	6 h
压力	常压	
气体成分	3:1 氢氮气	

系统通氢氮气，冷凝器通冷却水，按表 2 控制还原条件进行催化剂的升温还原；预热炉、反应器以任意升温速率升至还原温度，待还原结束后，降温至 300℃，脱硫炉同时升温至脱硫剂使用温度；新使用的脱硫剂，应预先进行升温还原，其还原方法参见 HG/T 2513 氧化锌脱硫剂试验方法，还原结束后降至使用温度。

甲烷化催化剂还原的主要化学反应方程式如下：



#### 3.4.4 耐热前活性的测定

通入反应原料气，并在 1 h 内将反应压力升至 2.0 MPa，按表 1 控制反应温度和空速。待各条件稳定 2 h 后，开始分析反应器出口二氧化碳含量。每隔 1 h 分析一次，直至连续三次分析结果的极差值小于或等于  $10 \times 10^{-6}$  为止。取稳定后三次测定结果的平均值，作为试验结果。

#### 3.4.5 耐热试验

初活性测定之后，将原料气切换为氢氮气，按表 1 控制耐热试验条件，以任意升温速率升至耐热温度，耐热结束后，降温至 300℃。

#### 3.4.6 耐热后活性的测定

耐热后活性的测定按 3.4.4 条进行。