

氧化锌脱硫剂试验方法

1 主题内容及适用范围

本标准规定了氧化锌脱硫剂的硫容、颗粒抗压碎强度、磨耗率、烧失重以及化学组份的试验方法。

本标准适用于烃类蒸汽转化、油品精制、有机合成、合成氨等工业原料气脱硫所用的氧化锌脱硫剂。

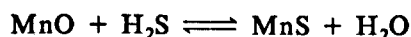
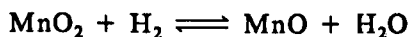
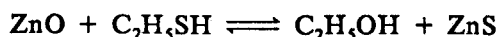
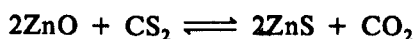
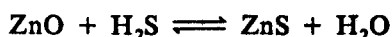
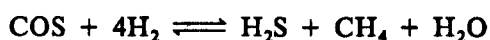
2 引用标准

- GB/T 601 化学试剂 滴定分析（容量分析）用标准溶液的制备
 GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备
 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
 GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法
 HG/T 2512 氧化锌脱硫剂化学成份分析方法
 ZB/T G 75003 化肥催化剂烧失重分析方法

3 硫容的试验方法

3.1 方法原理

氧化锌与硫化氢或部分有机硫化物反应生成硫化锌；二氧化锰在氢气存在下与硫化氢或部分有机硫化物反应生成硫化锰，从而将原料气中的硫化物脱除。其化学反应式如下：



3.2 流程

如图 1 所示：

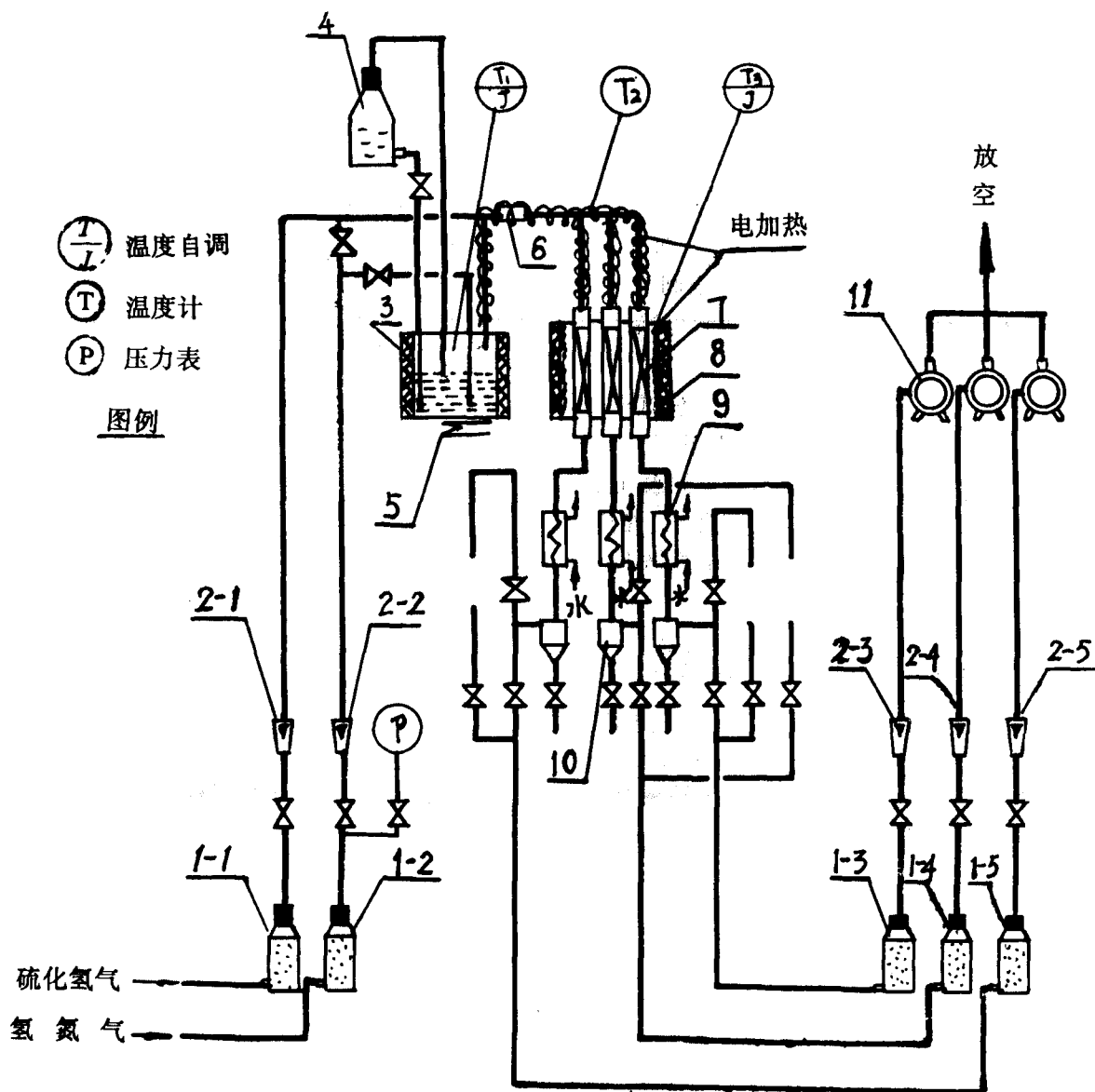


图1 硫容试验装置流程图

1-1~1-5—过滤干燥瓶； 2-1~2-5—转子流量计； 3—饱和器； 4—自动加水器； 5—电炉；

6—气体混合器； 7—反应管； 8—反应加热炉； 9—冷凝器； 10—气水分离器； 11—气体湿式流量计

3.3 试验条件

反应器：本标准采用三管（或单管）反应器，其管径为 $\Phi 11 \times 1.5$ mm 的硬质玻璃管

脱硫剂装量： 2.0 mL

脱硫剂粒度： 0.85~1.18 mm

系统压力： 常压

试验温度： T 302Q、T 305型 $220 \pm 1^\circ\text{C}$

T 304-1型 $350 \pm 1^\circ\text{C}$

干气空速： $3000 \pm 50 \text{ h}^{-1}$

水蒸汽与原料气比例： T 302Q、T 305型 1.0 ± 0.1 ；

T 304-1型 0.3 ± 0.1

原料气组成: 合成氨用氢氮混合气 ($H_2:N_2 \approx 3:1$);
 硫化氢含量 $4 \sim 6 \text{ g/Nm}^3$;
 氧含量 $< 0.2\%$ 。

尾气硫含量: $\leq 0.4 \text{ mg/Nm}^3$

3.4 试验步骤

3.4.1 将脱硫剂样品破碎后,用孔径为 $0.85 \sim 1.18 \text{ mm}$ 试验筛过筛, 120°C 烘 1 h 后,用 10 mL 量筒紧密堆积 10 mL 样品并称重,求得堆密度,然后称取相当于 2 mL 质量的样品。

3.4.2 将预先处理干净的 $1.40 \sim 2.00 \text{ mm}$ 的石英砂或玻璃球用紧堆法装填到反应管内至规定高度,上面垫一层玻璃布,然后将 2 mL 样品慢慢倒入反应管内,边倒边用木棒轻轻敲打反应管壁,使试样装填紧密、均匀、平整,再垫一层玻璃布,然后再将石英砂或玻璃球装填至距反应管入口 10 mm 左右。

3.4.3 将已装好样品的反应管放入电炉,使试样处于电炉的等温区内,接入系统进行试漏,确保各接头处不漏气。热电偶插入脱硫剂床层中部。

3.4.4 饱和器和自动加水器内各加入适量的水(符合 GB/T 6682 中三级水规格)。

3.4.5 检查装置系统的仪器、仪表都正常后,反应炉以 150°C/h 左右的速率进行升温:

a. T 302Q 型脱硫剂升温至 260°C 恒温半小时,使样品中的二氧化锰还原完全,再将反应炉温度降至 220°C 恒温;

b. T 304-1 型脱硫剂升温至 350°C 恒温;

c. T 305 型脱硫剂升温至 220°C 恒温。

3.4.6 向系统内通入氢氮混合气进行置换,控制气体空速约 1500 h^{-1} ,保温管温度加热至 150°C 左右恒温,饱和器开始升温至汽气比为 1.0 或 0.3 时的温度。

3.4.7 开启硫化氢气体源阀门,向氢氮混合气中配入 $4 \sim 6 \text{ g/Nm}^3$ 的硫化氢气体,将气体空速调整至 3000 h^{-1} 。在本试验条件下,每小时测定一次尾气冷凝水量,调节饱和器水温,使水蒸汽与原料气之比在 1.0 (或 0.3) ± 0.1 的范围内。

3.4.8 通入硫化氢气体数小时后(视硫容大小而定),开始每小时测定一次出口尾气中的含硫量,如发现含硫量增高,改为 30 min 或 15 min 测定一次,若含硫量超过 0.4 mg/m^3 ,立即再取样测定一次,若还是超过 0.4 mg/m^3 时,则认为脱硫剂已被硫穿透,立即切断硫化氢气体,饱和器停止加热,氢氮混合气改由旁路进入反应管,置换残存的水蒸汽,半小时后停止通气,关反应炉加热电源。

3.4.9 反应炉温度降到 50°C 以下,卸出脱硫剂,剔除玻璃球或石英砂后,将脱硫剂全部磨成粉末,混合均匀,在 120°C 下烘 1 h,备用。

3.4.10 按附录 A“硫容分析方法”分析脱硫后样品的含硫量,并计算穿透硫容。

4 颗粒抗压强度的测定

4.1 强度的测定方法,按 GB/T 3635 的规定进行。

4.2 测定的样品需经 120°C 烘 1 h,冷却至室温后进行测定,测定的颗粒数 ≥ 50 粒,条状样品测定前需剪短至 $5 \sim 7 \text{ mm}$,两端面磨平。

4.3 测定仪器量程为 $0 \sim 100 \text{ N}$,精度 1 级。

5 磨耗率的测定

5.1 磨耗率的测定方法,按 GB/T 3636 的规定进行。

5.2 测定的样品需经 120°C 烘 1 h,冷却至室温后进行测定。