

ICS 71. 100. 99
G 74
备案号:38604—2013

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 4354—2012

常温氧化铁脱硫剂硫容试验方法

Test method of iron oxide desulfurization sorbent at room temperature

2012-12-28 发布

2013-06-01 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本标准按照 GB/T 1.1—2009 给出的规则起草。

本标准的附录 A～附录 C 为规范性附录。

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/TC63/SC10)归口。

本标准起草单位:南化集团研究院、华烁科技股份有限公司。

本标准主要起草人:钟立宏、邱爱玲、魏华、肖安陆、胡典明、尹航丰。

常温氧化铁脱硫剂硫容试验方法

1 范围

本标准规定了常温氧化铁脱硫剂硫容的试验方法。

本标准适用于在常温条件下脱除各种化工原料气中硫化氢的氧化铁脱硫剂。

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,仅所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 金属丝编织网试验筛

GB/T 6678 化工产品采样总则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 原理

警告——本标准所涉及的原料气和尾气(含 H₂S)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和排风设备等预防措施。

常温氧化铁脱硫剂与硫化氢作用,生成铁的硫化物和单质硫,从而脱除硫化氢,其化学反应方程式如下:



4 试验装置

4.1 流程

常温氧化铁脱硫剂硫容试验装置示意图见图 1。

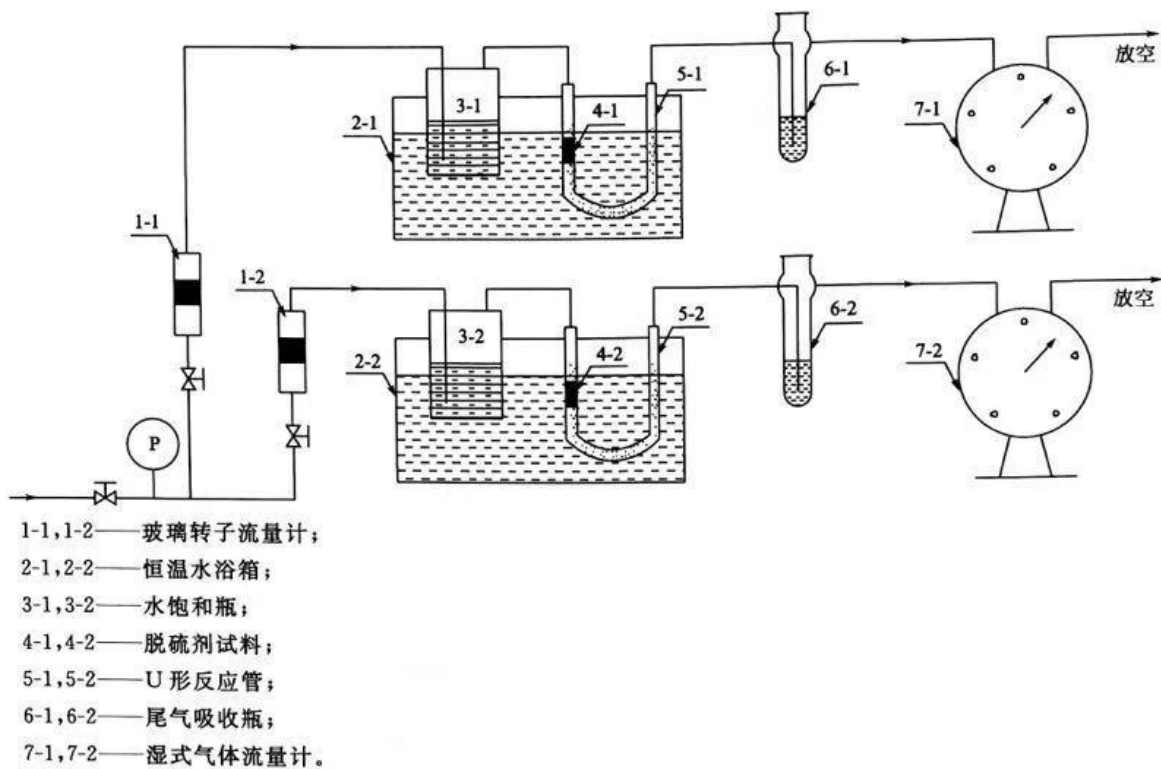


图 1 常温氧化铁脱硫剂硫容试验装置示意图

4.2 主要性能

常温氧化铁脱硫剂硫容试验装置主要性能设计参数见表 1。

表 1 硫容试验装置主要性能设计参数

项 目	性能参数
反应器中反应管的规格/mm	$\phi 11 \times 1.5$ (石英玻璃管) $\phi 8$
使用压力/MPa	常压
最高使用温度/℃	90
平行性(绝对差值)/%	1
复现性(绝对差值)/%	1(硫容<10), 2(硫容 ≥ 10)

4.3 校验

正常情况下,试验装置的平行性、复现性每年用参考样或保留样至少测定一次,其测定方法按第 6 章和第 7 章的规定。

5 采样

5.1 实验室样品

按 GB/T 6678 的规定取得。

5.2 试样

取适量实验室样品置于研钵内研碎,用孔径为 0.85 mm 和 1.18 mm 的试验筛(符合 GB/T 6003.1 中 R 40/3 系列)筛分。取粒度为 0.85 mm~1.18 mm 的试样按附录 A 的规定测定其堆积密度。

5.3 试料

根据试样的堆积密度,称取所需装填量(一般为 2.0 mL)的试样(5.2),精确至 0.01 g,待用。

6 试验步骤

6.1 原料气的配制

原料气是由氮气和硫化氢组成的混合气体,其中硫的质量浓度为 $4 \times 10^{-3} \text{ kg/m}^3 \sim 6 \times 10^{-3} \text{ kg/m}^3$,测定按附录 B 的规定。

6.2 试料的装填

将处理干净的粒度为 $1.40 \text{ mm} \sim 2.00 \text{ mm}$ 的石英砂,用紧堆法装填至反应管内所确定的位置,在石英砂上面垫一层玻璃布,将脱硫剂试料(5.3)慢慢倒入反应管内,边倒边用木棒轻轻敲打反应管壁,使催化剂床层装填紧密、均匀、平整,然后垫一层玻璃布,用石英砂装填至距反应管入口截面 10 mm 左右的位置。将反应管放入水浴锅内并接入系统,用氮气进行试漏,确保各接头处不漏气。

6.2.1 硫容的测定条件

常温氧化铁脱硫剂硫容的测定条件见表 2。

表 2 硫容的测定条件

项 目	条 件
试料装填量/mL	2.0
原料气空速 ^a /h ⁻¹	$1\,000 \pm 50$
水蒸气与原料气体积比	0.03
硫容测定温度/℃	(25 ± 1)
系统压力	常压 $1 \times 10^5 \text{ Pa}$

^a 原料气空速按附录 C 的规定进行校验。

6.2.2 硫容的测定方法

6.2.2.1 首先调节好湿式气体流量计的水平,再拧开水位溢流孔的螺帽,向湿式气体流量计内加入蒸馏水,当水由溢流孔漫出时,停止加水,待溢流孔没有水溢出时,拧紧溢流孔螺帽,同时记录下湿式气体流量计的起始读数。

6.2.2.2 在硫容测定条件下打开原料气钢瓶阀门,向反应管内通入原料气,并将空速控制到 $1\,000 \text{ h}^{-1}$ 。当脱硫剂吸硫数小时后,接近穿透时(观察床层颜色变化),开始按附录 B 的规定测定出口尾气中的硫的质量浓度。若硫的质量浓度超过 $0.4 \times 10^{-6} \text{ kg/m}^3$ 时,则认为脱硫剂已被硫穿透。立即停止通入原料气,同时记录湿式气体流量计的终止读数。关闭原料气钢瓶阀门,通入氮气进行系统置换,15 min 后停止置换。

7 结果计算

硫容以脱硫剂中硫的质量分数 ω 计,数值以 % 表示,按式(1)计算:

$$\omega = \frac{c(V_1 - V_2)}{m} \times 10^{-3} \times 100 \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中:

c ——原料气中硫的质量浓度的数值,单位为千克每立方米(kg/m^3);

V_1 ——湿式气体流量计起始气体体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——湿式气体流量计终止气体体积的数值,单位为毫升(mL);

m ——反应器中脱硫剂试料质量的数值,单位为克(g)。

计算结果保留到小数点后一位小数。

附 录 A
(规范性附录)
催化剂堆积密度的测定

A.1 试样的堆积

将适量的试样(5.2)置于电热鼓风干燥箱中,在 $(120 \pm 5)^\circ\text{C}$ 下干燥1h,然后置于干燥器中冷却至室温,再将试样分成若干份,依次加入10 mL量筒内,每加一次,均需将量筒上下振动若干次,直至试样在量筒内的位置不变为振实,反复操作,直至振实的试样量为10 mL。

A.2 试样的称量

称量振实的10 mL试样(A.1)的质量,精确至0.01 g。

A.3 堆积密度的计算

催化剂堆积密度 ρ ,数值以克每毫升(g/mL)表示,按式(A.1)计算:

$$\rho = \frac{m_0 - m_1}{V} \quad \text{..... (A.1)}$$

式中:

m_0 10 mL量筒和10 mL试样的总质量的数值,单位为克(g);

m_1 10 mL量筒的质量的数值,单位为克(g);

V 试样的体积的数值,单位为毫升(mL)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,平行测定结果的相对误差 $\leq 2\%$ 。

附录 B

(规范性附录)

气体中硫的质量浓度的测定(汞量法)

B.1 原理

当气体试样中的硫化氢被氢氧化钠溶液吸收后,变为易与汞离子反应的硫离子,以双硫脲(二苯基硫巴脲)为指示液,用汞离子标准溶液直接滴定。滴定到终点时,在碱的作用下,微过量的汞离子与双硫脲形成微红色配合物。

B.2 试剂

本标准所采用试剂的纯度,除有特殊说明外,均为分析纯试剂;实验室用水应符合 GB/T 6682 中三级水的规格。

B.2.1 硝酸。

B.2.2 氢氧化钠溶液:10.0 g/L。

B.2.3 汞离子标准溶液: $c(\text{Hg}^{2+})=20\text{ mg/L}$ 。

称取红色氧化汞 68.0 mg(以氧化汞含量 99.6 % 为基准计算)于 100 mL 烧杯中,加入 6 mL 硝酸,使其完全溶解,加入适量蒸馏水后移至 500 mL 棕色容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。贮存期为半年。

B.2.4 汞离子标准溶液: $c(\text{Hg}^{2+})=4\text{ mg/L}$ 。

吸取汞离子标准溶液(B.2.3)20.00 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。用时现配。

B.2.5 汞离子标准溶液: $c(\text{Hg}^{2+})=0.5\text{ mg/L}$ 。

吸取汞离子标准溶液(B.2.3)2.50 mL 于 100 mL 棕色容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。用时现配。

B.2.6 双硫脲三氯甲烷指示液:0.01 g/L。

B.3 仪器

B.3.1 医用注射器:2 mL、50 mL。

B.3.2 三角锥形瓶。

B.3.3 湿式气体流量计:2 L。

B.4 分析步骤

B.4.1 原料气分析

在 50 mL 锥形瓶中加入约 10 mL 氢氧化钠溶液(B.2.2),用橡胶塞塞紧并抽真空。用注射器直接抽取一定体积的原料气并注入该锥形瓶中充分摇荡,使硫化氢被氢氧化钠溶液吸收,加一滴双硫脲三氯甲烷指示液(B.2.6),用汞离子标准溶液(B.2.4),滴定至微红色为终点。同时作空白试验。

B.4.2 尾气分析

在吸收管中加入约 10 mL 氢氧化钠溶液(B.2.2),使得尾气中硫化氢被氢氧化钠溶液吸收,尾气的体积以湿式气体流量计计量。将吸收液移至 50 mL 锥形瓶中,加一滴双硫脲三氯甲烷指示液(B.2.6),用汞离子标准溶液(B.2.5),滴至微红色为终点。同时作空白试验。

B.5 结果计算

原料气和尾气中硫的质量浓度 ϕ ,数值以千克每立方米(kg/m^3)表示,按式(B.1)计算:

$$\phi = \frac{c(V_1 - V_2)}{V} \times 10^{-6} \dots\dots\dots (B. 1)$$

式中:

c ——汞离子标准溶液浓度的数值,单位为毫克每升(mg/L);

V_1 ——汞离子标准滴定溶液耗用体积的数值,单位为毫升(mL);

V_2 ——汞离子标准滴定溶液空白试验时耗用体积的数值,单位为毫升(mL);

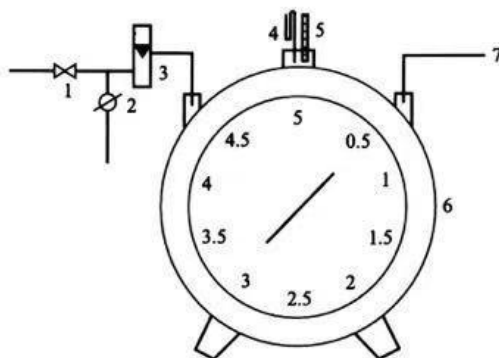
V ——气体试样体积的数值,单位为升(L)。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果,平行测定结果相对误差应 $\leq 3\%$ 。

附 录 C
(规范性附录)
转子流量计流量的校正

C.1 校正装置

湿式气体流量计流量校正装置示意图见图 C.1。



- 1——原料气进气阀；
- 2——气量调节考克；
- 3——转子流量计；
- 4——水压差计；
- 5——温度计；
- 6——湿式气体流量计；
- 7——放空。

图 C.1 湿式气体流量计流量校正装置示意图

首先调节好湿式气体流量计的水平。再拧开水位溢流孔的螺帽，向湿式气体流量计内加入蒸馏水，当水由溢流孔漫出时，停止加水，待溢流孔不漫水时，拧紧溢流孔螺帽。

C.2 流量计算

气体体积流量 Q ，数值以毫升每分钟 (mL/min) 表示，按式 (C.1) 计算：

$$Q = \frac{SvV_{\text{cat}}P_0T}{60PT_0} \quad \text{..... (C.1)}$$

式中：

- Sv ——空速的数值，单位为每小时 (h^{-1})；
- V_{cat} ——脱硫剂试料的数值，单位为毫升 (mL)；
- P_0 ——标准状态下的大气压的数值，单位为帕斯卡 (Pa) ($P_0 = 101325$)；
- T ——测定时室温的热力学温度的数值，单位为开尔文 (K)；
- P ——测定时的大气压的数值，单位为帕斯卡 (Pa)；
- T_0 ——标准状态下的热力学温度的数值，单位为开尔文 (K) ($T_0 = 273$)。

C.3 校正步骤

打开进气阀，原料气经转子流量计进入湿式气体流量计，用考克调节气体流量的大小。记下湿式气体流量计的起始读数，同时启动秒表计时，当湿式气体流量计计量一定量气体体积时，按下秒表，记下时间和湿式气体流量计的终止读数，并计算气体的体积流量。调节气体流量大小，重复测定，直至气体体积流量为 Q 时为止，确定转子流量计内浮子上端面的刻度位置。

中华人民共和国
化工行业标准
常温氧化铁脱硫剂硫容试验方法

HG/T 4354—2012

出版发行:化学工业出版社

(北京市东城区青年湖南街13号 邮政编码100011)

化学工业出版社印刷厂

880mm×1230mm 1/16 印张 $\frac{3}{4}$ 字数16千字

2013年4月北京第1版第1次印刷

书号:155025·1460

购书咨询:010-64518888

售后服务:010-64518899

网址:<http://www.cip.com.cn>

凡购买本书,如有缺损质量问题,本社销售中心负责调换。

定价:12.00元

版权所有 违者必究