

ICS 71.100.99

CCS G 74

备案号:

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T XXXXX—XXXX

常温氧化锌脱硫剂硫容试验方法

Test method for sulfur capacity of zinc oxide desulfurizer at room temperature

(报批稿)

(本稿完成日期: 2022.3)

XXXX - XX - XX 发布

XXXX - XX - XX 实施

中华人民共和国工业和信息化部 发布

前 言

本文件按照 GB/T 1.1—2020《标准化工作导则 第1部分：标准化文件的结构和起草规则》的规定起草。

请注意本文件的某些内容可能涉及专利。本文件的发布机构不承担识别专利的责任。

本文件由中国石油和化学工业联合会提出。

本文件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。

本文件起草单位：中石化南京化工研究院有限公司、西安向阳航天材料股份有限公司、西南化工研究设计院有限公司、武汉科林化工集团有限公司、东莞市德标科技有限公司。

本文件主要起草人：钟立宏、徐驰、纪罗军、张新波、朱立忠、封超、史志刚、王国兴、惠武卫、王泽、杨丽、梁立。

常温氧化锌脱硫剂硫容试验方法

1 范围

本文件规定了常温氧化锌脱硫剂硫容试验方法。
本文件适用于合成氨、制氢、合成甲醇等原料气中脱除硫化氢和部分有机硫化物的常温氧化锌脱硫剂。

2 规范性引用文件

下列文件中的内容通过文中的规范性引用而构成本文件必不可少的条款。其中，注日期的引用文件，仅该日期对应的版本适用于本文件；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 601 化学试剂 标准滴定溶液的制备

GB/T 603 化学试剂 试验方法中所用制剂及制品的制备

GB/T 6003.1 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 6678 化工产品采样总则

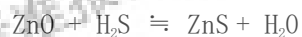
GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

3 术语和定义

本文件没有需要界定的术语和定义。

4 原理

氧化锌与硫化氢或部分有机硫化物发生化学反应生成硫化锌，从而将原料气中的硫化物脱除。其化学反应方程式如下：

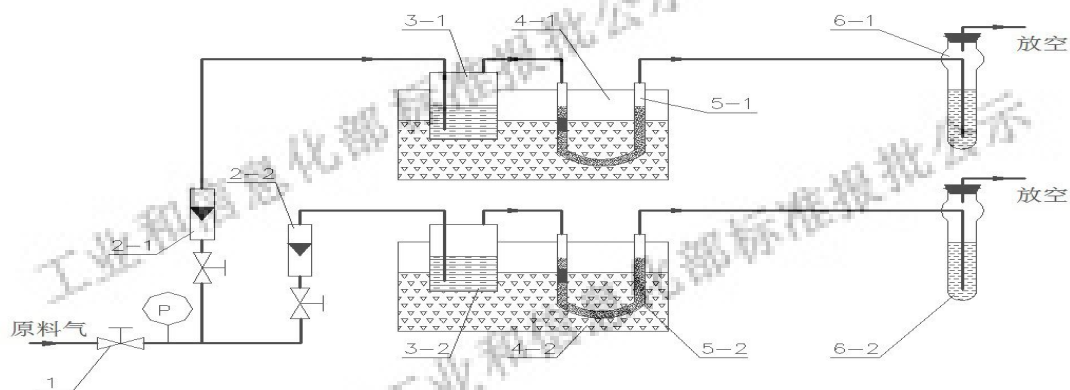


用燃烧中和法测定，计算出脱硫剂的硫容。

5 试验装置

5.1 流程

常温氧化锌脱硫剂硫容试验装置示意图见图1。



标引序号说明：

- 1——原料气阀；
- 2-1~2-2——转子流量计；
- 3-1~3-2——水汽瓶；
- 4-1~4-2——水浴箱；
- 5-1~5-2——反应管；
- 6-1~6-2——吸收瓶。

图1 常温氧化锌脱硫剂硫容试验装置示意图

5.2 主要性能

常温氧化锌脱硫剂硫容试验装置主要性能设计参数见表1。

表1 常温氧化锌脱硫剂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	Φ11×1.5（石英玻璃）
使用压力/MPa	常压
最高使用温度/℃	≤ 90
平行性（极差值）/%	≤ 1.0
复现性（极差值）/%	≤ 1.5

5.3 校验

正常情况下，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、第7章的规定。

6 样品

6.1 实验室样品

按GB/T 6678 的规定取得。

6.2 试样

取适量实验室样品置于瓷研钵内研碎，用孔径为0.425mm和0.850mm的试验筛(按照GB/T 6003.1中R 40/3系列)筛分。取粒度为(0.425~0.850)mm的试样，按附录A的规定测定其紧堆密度。

6.3 试料

根据试样的紧堆密度，称取2.0mL所对应质量的试样，精确至0.01g，待用。

7 试验步骤

警示——本文件所涉及的原料气和尾气(含H₂S、N₂)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。

7.1 原料气

原料气为氮气和硫化氢(硫质量浓度为(4~6)g/m³)组成的混合气体，其中氧气的体积分数应小于0.1%。硫质量浓度的测定按附录B的规定。

7.2 试料的装填

将处理干净的粒度为(1.00~1.40)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，将脱硫剂试料分次慢慢倒入反应管内，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，再用石英砂装填至距反应管入口截面10mm左右处。将反应管接入系统。

7.3 系统试漏

打开氮气钢瓶总阀，向系统内通入氮气，并稳定在0.05MPa，关闭系统进、出口阀门。如在0.5h内压力下降小于0.01MPa，则视为系统密封。试漏符合要求后，打开系统出口阀，使系统压力降至常压。

7.4 硫吸收

将水浴箱升温至40℃。打开原料气阀门，通入原料气，调节并控制空速1000h⁻¹±50h⁻¹(气体相关的流量校正见附录C)、系统压力为常压。数小时后，开始按附录B的规定测定尾气中硫质量浓度，每隔1h测定一次。若尾气中硫质量浓度增高，改为30min或15min测定一次。若连续两次尾气中硫质量浓度超过0.4μg/m³时，立即停止通入原料气。卸出吸硫后的试料，剔除石英砂后，将其全部磨成均匀粉末，在120℃下干燥1h，按附录D测定脱硫剂硫容。

附录 A

(规范性)

脱硫剂紧堆密度的测定

A.1 试样的紧堆

将适量的试样(见6.2)分成若干份,依次加入10mL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10mL。

A.2 试样的称量

称量振实的10mL试样(见A.1)的质量,精确至0.01g。

A.3 试验数据处理

脱硫剂紧堆密度 ρ ,数值以克每毫升(g/mL)表示,按式(A.1)计算:

$$\rho = \frac{m_2 - m_1}{V} \dots\dots\dots (A.1)$$

式中:

m_2 ——10mL量筒和10mL试样的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——10mL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)。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果,平行测定结果的绝对差值应不大于2.0%。

附录 B

(规范性)

气体中硫质量浓度的测定

B.1 一般规定

本文件所用试剂和水在没有注明其他要求时,均指分析纯试剂和 GB/T 6682 规定的三级水。试验中所用的标准滴定溶液、试剂及制品,在没有注明其他要求时,均按 GB/T 601 和 GB/T 603 的规定制备。

B.2 原理

气体中的硫化氢被氢氧化钠溶液吸收,变为易与汞离子反应的硫离子,以双硫脲三氯甲烷为指示液,用汞离子标准滴定溶液直接滴定。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络合物。

B.3 试剂或材料

B.3.1 硝酸。

B.3.2 氢氧化钠溶液:10.0g/L。

B.3.3 汞离子标准滴定溶液: $c(\text{Hg}^{2+})=625\ \mu\text{mol/L}$ 。称取红色氧化汞68.0mg(以氧化汞含量99.6%为基准计算)于100mL烧杯中,加入6mL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.3.4 汞离子标准滴定溶液: $c(\text{Hg}^{2+})=125\ \mu\text{mol/L}$ 。吸取汞离子标准滴定溶液(见B.3.3)20.00mL于100mL棕色容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。用时现配。

B.3.5 汞离子标准滴定溶液: $c(\text{Hg}^{2+})=15.625\ \mu\text{mol/L}$ 。吸取汞离子标准滴定溶液(见B.3.3)2.50mL于100mL棕色容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。用时现配。

B.3.6 双硫脲三氯甲烷指示液:0.01g/L。

B.4 仪器设备

B.4.1 医用注射器:2mL、50mL。

B.4.2 撞击式气体采样瓶。

B.4.3 湿式气体流量计:2L。

B.5 试验步骤

B.5.1 原料气分析

在50mL锥形瓶中加入约10mL氢氧化钠溶液,用橡胶塞塞紧并抽真空。用注射器直接抽取2mL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,用汞离子标准滴定溶液(见B.3.4)滴定,至微红色为终点。同时作空白试验。

B.5.2 尾气分析

在吸收管中加入约10mL氢氧化钠溶液，使得尾气中硫化氢被氢氧化钠溶液完全吸收，尾气的体积以湿式气体流量计计量。将吸收液移至50mL锥形瓶中，加一滴双硫脲三氯甲烷指示液，用汞离子标准滴定溶液（B.3.5）滴定，至微红色为终点。同时作空白试验。

B.6 试验数据处理

原料气和尾气中硫质量浓度 ρ ，数值以克每立方米（ g/m^3 ）表示，按式（B.1）计算：

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

式中：

c ——汞离子标准滴定溶液浓度的数值，单位为微摩尔每升（ $\mu\text{mol}/\text{L}$ ）；

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耗用体积的数值，单位为毫升（ mL ）；

M ——硫离子（ S^{2-} ）摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（ g/mol ）（ $M=32.066$ ）；

V ——气体体积的数值，单位为升（ L ）。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次测定结果的绝对差值，不大于测定值的算术平均值的3%。

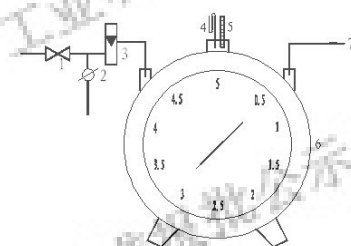
附录 C

(规范性)

湿式气体流量计的校正

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。



标引序号说明：

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 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。

C.3 试验数据处理

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：

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

式中：

S_V ——空速的数值，单位为每小时 (h^{-1})；

V_{cat} ——催化剂试料的数值，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)。

工业和信息化部标准报批公示

工业和信息化部标准报批公示

附录 D
(规范性)
脱硫剂硫容测定

D.1 原理

含硫化合物在高温、通氧气条件下生成二氧化硫，用过氧化氢溶液吸收生成硫酸，硫酸用氢氧化钠标准滴定溶液滴定。

D.2 试剂或材料

D.2.1 过氧化氢溶液：1+9。将1体积过氧化氢（30%）加入到9体积水中。

D.2.2 氢氧化钠标准滴定溶液： $c(\text{NaOH})=0.1\text{mol/L}$ 。

D.2.3 溴甲酚绿-甲基红指示液。

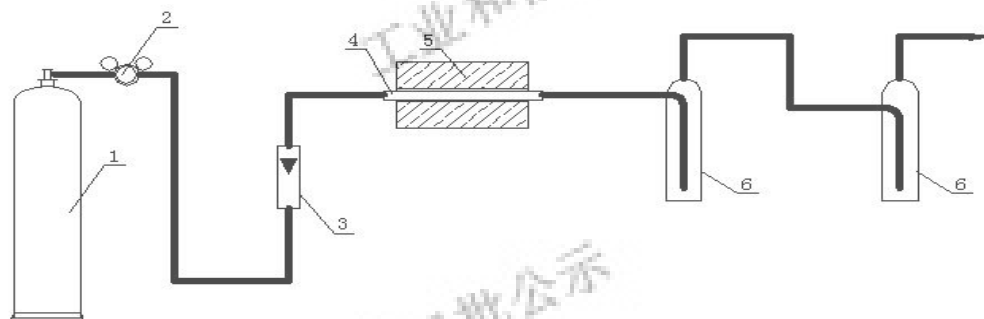
D.3 仪器设备

D.3.1 喷泡式气体吸收管。

D.3.2 磁舟：70mm，用盐酸溶液（1+1）煮沸，水洗，蒸馏水煮沸、烘干，于950℃灼烧1h。

D.3.3 高温定碳炉。

D.3.4 硫容试验装置示意图见图D.1。



标引序号说明：

1——氧气钢瓶；

2——减压阀；

3——转子流量计；

4——石英管；

5——高温定碳炉；

6——吸收管。

图D.1 硫容试验装置示意图

D.4 试验步骤

称取（0.1~0.2）g吸硫后并经过处理好的试料（见7.4），精确至0.0001g，均匀置于磁舟内。将高温定碳炉升温至（1050~1100）℃，调节氧气流量为100mL/min，两只吸收管各倒入15mL过氧化氢溶

液并串接在石英管出口处，将磁舟迅速推入石英管中部，随即塞紧橡胶塞，（15~20）min后取下两只吸收管，将吸收液倒入250mL锥形瓶中并洗涤吸收管内壁。加入2~3滴溴甲酚绿-甲基红指示液，用氢氧化钠标准滴定溶液滴定至红色转变为淡绿色为终点。

D.5 试验数据处理

硫容以硫（S）质量分数 ω 计，按式（D.1）计算：

$$\omega = \frac{0.016Vc}{m - 0.008Vc} \times 100\% \dots\dots\dots (D.1)$$

式中：

V ——氢氧化钠标准滴定溶液耗用体积的数值，单位为毫升（mL）；

c ——氢氧化钠标准滴定溶液浓度的准确数值，单位为摩尔每升（mol/L）；

m ——试料的质量的数值，单位为克（g）。

取平行测定结果的算术平均值作为测定结果，平行测定结果的绝对差值应不大于0.3%