

ICS 71. 100. 99
G 75

HG

中华人民共和国化工行业标准

HG/T 5759—2020

常温氧化铁脱硫剂

Iron oxide desulfurizer at normal temperature

2020-12-09 发布

2021-04-01 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：北京三聚环保新材料股份有限公司、武汉科林精细化工有限公司、西南化工研究设计院有限公司、山西恒星催化净化有限公司、中石化南京化工研究院有限公司。

本标准主要起草人：王立贤、李新、倪雪梅、赵文涛、吴永涛、张先茂、曾斌、霍保根、王泽、张嘉胜。

常温氧化铁脱硫剂

1 范围

本标准规定了常温氧化铁脱硫剂的要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存及产品随行文件。

本标准适用于以羟基氧化铁为主要活性成分，常温下脱除天然气、煤制气、石油化工原料气及部分非酸性工业尾气中硫化氢的常温氧化铁脱硫剂。

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 191 包装储运图示标志

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

GB/T 8170 数值修约规则与极限数值的表示和判定

HG/T 2782 化肥催化剂颗粒抗压碎力的测定

3 要求

常温氧化铁脱硫剂的技术指标应符合表1的规定。

表1 常温氧化铁脱硫剂的技术指标

项 目	指 标	
	黄褐色条形	黄褐色球形
规格/mm	$\Phi(3\sim6)\times(5\sim20)$	$\Phi 4\sim10$
颗粒径向抗压碎力平均值/(N/cm) \geq	40	—
颗粒点抗压碎力平均值/N \geq	—	20
穿透硫容（以S计）（质量分数）/% \geq	20	

4 一般规定

本标准所用试剂和水，在没有注明其他要求时，均指分析纯试剂和GB/T 6682中规定的三级水。试验中所需制剂及制品，在没有注明其他要求时，均按GB/T 603的规定制备。

5 试验方法

5.1 外观

在日光或日光灯下，目视法测定。

5.2 规格

用游标卡尺测量产品直径和长度，精确至 0.1 mm。试样测定颗粒数为 15 颗。

5.3 颗粒抗压碎力平均值的测定

按 HG/T 2782 的规定，其中智能颗粒强度试验机量程为 0 N~250 N，试样干燥温度为 90 °C ± 5 °C。试样要求表面光滑完整，条形试样处理成条长为 4.5 mm~5.5 mm 且两端面磨平。试样测定颗粒数为 40 颗。

5.4 穿透硫容的测定

5.4.1 原理

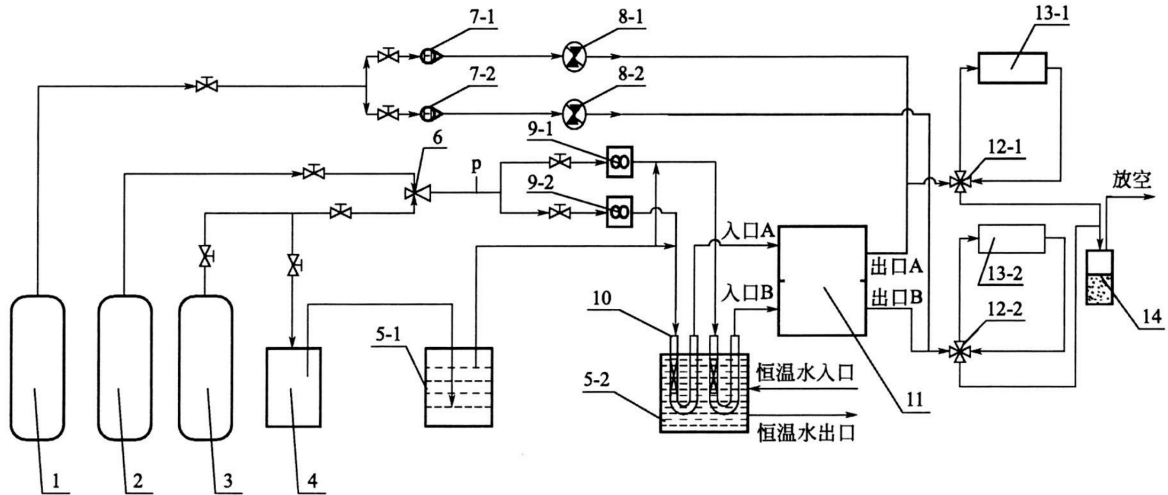
常温氧化铁脱硫剂与硫化氢发生化学反应生成硫铁化合物，从而将原料气中的硫化氢脱除，其在常温常压下反应式如下所示：



5.4.2 试验装置

5.4.2.1 流程

常温氧化铁脱硫剂硫容试验装置示意图见图 1。



说明：

- 1——氧气钢瓶；
- 2——硫化氢标准气钢瓶；
- 3——氮气钢瓶；
- 4——缓冲瓶；
- 5-1, 5-2——恒温水浴锅；
- 6——减压阀；
- 7-1, 7-2——转子流量计；
- 8-1, 8-2——数字流量计；
- 9-1, 9-2——质量流量计；
- 10——U形反应管；
- 11——气相色谱仪；
- 12-1, 12-2——四通阀；
- 13-1, 13-2——报警器；
- 14——碱液吸收瓶。

图 1 常温氧化铁脱硫剂硫容试验装置示意图

5.4.2.2 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 2。

表 2 常温氧化铁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	$\phi 9 \times 1.5$ (硬质玻璃管)
使用压力/MPa	常压
最高使用温度/ $^{\circ}\text{C}$	90
平行性 (绝对差值)/%	≤ 1
复现性 (绝对差值)/%	≤ 2

5.4.2.3 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 1 次，其测定方法按 5.4.4、5.4.5 的规定。

5.4.3 样品

5.4.3.1 实验室样品

按 GB/T 6678 的规定取得。

5.4.3.2 试样

取适量实验室样品，置于瓷研钵内，破碎研细，用孔径为 0.12 mm 和 0.18 mm 的试验筛（符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列）筛分。取粒度为 0.12 mm~0.18 mm 的试样，按附录 A 的规定测量其紧堆密度。

5.4.3.3 试料

根据试样的紧堆密度称取所需装填量（一般为 1.0 mL）的试样，精确至 0.000 1 g，待用。

5.4.4 试验步骤

5.4.4.1 警示

本标准所涉及的原料气和尾气（含硫化氢）对人体健康和具有中毒、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。

5.4.4.2 原料气

原料气（以体积分数计）由硫化氢（2%~4%）、余为氮气（高纯）组成。

5.4.4.3 试料的装填

将处理干净的粒度为 0.12 mm~0.18 mm 的石英砂用紧密堆积法装填到反应管内至测定等温区所确定的位置，在上面垫一层玻璃棉，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，然后垫一层石英棉，再用石英砂装至距反应管入口截面 10 mm 左右的位置。将反应器管放入水浴夹套内，接入系统，用氮气进行试漏，确保系统不漏气。将热电偶插入脱硫剂床层底部。

5.4.4.4 硫容的测定

5.4.4.4.1 将恒温水浴锅温度设定为 25 ℃，打开氮气阀门，向系统通入氮气，空速为 1 000 h⁻¹，置换系统中的空气。

5.4.4.4.2 打开氧气阀门，控制流量为 1 mL/min，使报警器处于工作状态。

5.4.4.4.3 待恒温水浴锅温度稳定 0.5 h 后，系统改通原料气，空速控制在 1 000 h⁻¹。当脱硫剂试料吸硫数小时后（视硫容大小而定），用气相色谱仪或硫化氢检测管测定尾气中硫化氢含量。当硫化氢含量大于 1×10^{-6} 时，认为脱硫剂已被硫穿透，立即停止通入原料气，同时记录质量流量计的累积气体体积。关闭恒温水浴锅、原料气钢瓶阀门，通入氮气进行系统置换，15 min 后停止置换。

5.4.4.4.4 卸出吸硫后的试料，剔除石英砂和石英棉，将其标记留存。

5.4.5 试验数据处理

穿透硫容以硫（S）的质量分数 ω 计，按公式（1）计算：

$$w = \frac{cVM}{mV_0} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (1)$$

式中：

c ——原料气中硫化氢含量；

V ——质量流量计累积气体体积的数值，单位为升（L）；

M ——硫的摩尔质量的数值，单位为克每摩尔（g/mol）（ $M=32.06$ ）；

m ——反应器中脱硫剂试料的质量的数值，单位为克（g）；

V_0 ——标准状态下理想气体的摩尔体积的数值，单位为升每摩尔（L/mol）（ $V_0=22.4$ ）。

取两次平行测定结果的算术平均值作为测定结果，两次平行测定结果的绝对差值应不大于1%。

6 检验规则

6.1 出厂检验

产品由生产厂的质量监督检验部门按本标准规定进行出厂检验，检验项目为表1中所有项目。

6.2 组批规则

产品按检验批检验，每个检验批量不超过10 t。一个检验批可以由相同的原料、工艺、设备等条件下制造出来的同一规格的产品组成。

6.3 抽样方案

按GB/T 6678的规定确定采样单元数及采样方法。将采得的样品混匀后，按四分法缩分至不少于1 000 g，分装于两个清洁、干燥的塑料包装袋中，密封，粘贴标签，注明生产厂名、产品名称、型号、批号、采样日期和采样人。一袋作为实验室试样，另一袋作为保留样保存6个月备查。

6.4 判定规则

按GB/T 8170规定的“修约值比较法”判定检验结果是否符合本标准。检验结果符合本标准表1的规定时，判定该批产品合格。

6.5 复检规则

如果检验结果中有不符合表1的规定，应重新自两倍量的包装中采样进行复验。如复验结果仍不符合表1的规定，则判定该批产品不合格。

7 标志、包装、运输、贮存

7.1 标志

产品包装上应有清晰、牢固的标志，并标明产品名称、型号、商标、净含量及生产企业名称、地址和执行标准编号，醒目标明GB/T 191中规定的“怕雨”和“禁止翻滚”图示标志。

7.2 包装

产品宜用内衬聚乙烯袋的聚丙烯编织袋或纸板桶包装。用户对包装规格和包装材质有特殊要求时，由供需双方协商确定。

7.3 运输

产品运输装卸时严禁摔、滚和撞击，以免造成破包、散包。运输过程注意防潮，运输工具应有防雨设施。

7.4 贮存

产品应贮存在阴凉、干燥、通风的库房内，严防污染、受潮。

8 产品随行文件

产品交付时应提供产品合格证明，其内容应包括：

- a) 产品名称、批号、批量；
- b) 执行的产品标准编号；
- c) 检验项目及其结果或检验结论；
- d) 生产厂名称；
- e) 出厂日期、检验员签名或盖章。

附 录 A
(规范性附录)
催化剂紧堆密度的测定

A.1 试样的堆积

将适量的试样（见 5.4.3.2）置于电热鼓风干燥箱中，在 $90\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 5\text{ }^{\circ}\text{C}$ 下干燥 2 h，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 紧堆密度的计算

催化剂紧堆密度以 ρ 计，数值以克每毫升（g/mL）表示，按公式（A.1）计算：

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

式中：

m_2 ——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）。

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