



中华人民共和国国家标准

GB/T 37355—2019

活性炭脱汞催化剂脱汞率试验方法

Test method of mercury removal rate for activated carbon mercury removal catalyst

2019-03-25 发布

2020-02-01 实施

国家市场监督管理总局
中国国家标准化管理委员会 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(SAC/TC 63)归口。

本标准起草单位：中石化南京化工研究院有限公司、武汉科林精细化工有限公司、北京三聚环保新材料股份有限公司、西安向阳航天材料股份有限公司、山东迅达化工集团有限公司。

本标准主要起草人：李忠于、陈延浩、张先茂、赵文涛、许龙龙、胡文宾、李兴建、孙国双、封超、王泽。

活性炭脱汞催化剂脱汞率试验方法

1 范围

本标准规定了活性炭脱汞催化剂脱汞率试验方法。

本标准适用于以活性炭为载体,以单质硫、硫化物及金属氧化物为活性组分,主要用于脱除天然气、合成气、炼厂气、工业尾气中汞的活性炭脱汞催化剂。

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 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 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 16781.1 天然气 汞含量的测定 第1部分:碘化学吸附取样法

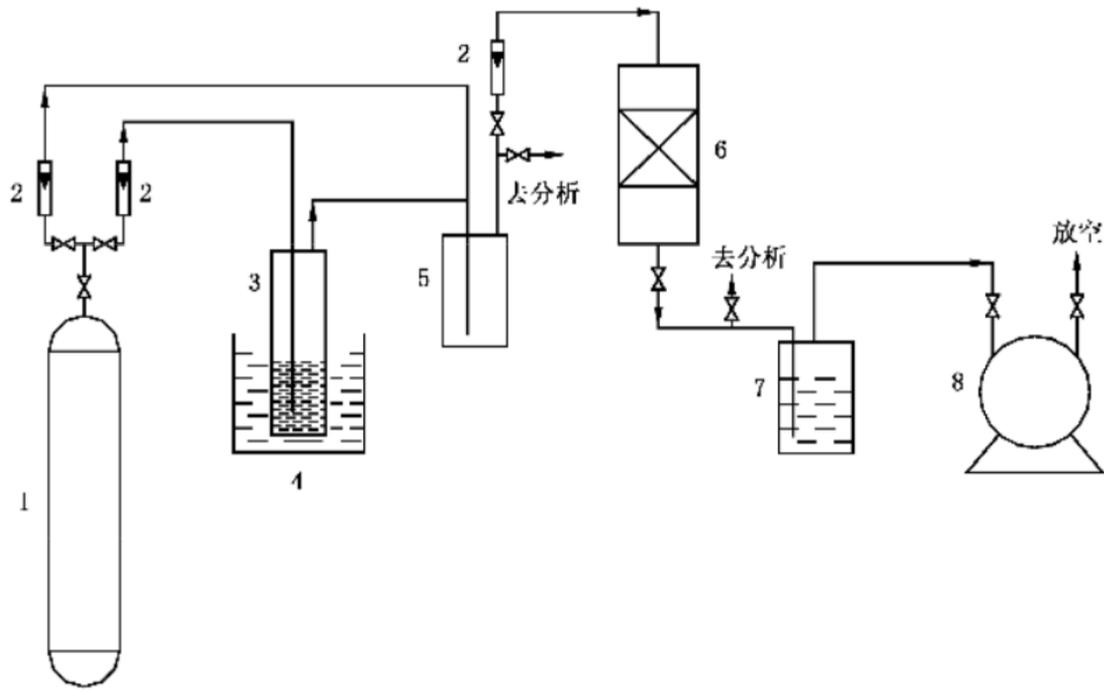
3 原理

原料气中的微量汞在催化剂的作用下,发生物理吸附和化学反应而被脱除。通过测定反应器进出口汞的质量浓度来计算出催化剂的汞容,以此表征催化剂的脱汞率。

4 试验装置

4.1 装置

活性炭脱汞催化剂脱汞率试验装置流程示意图见图1。



说明：

- 1——氮气钢瓶；
- 2——转子流量计；
- 3——汞发生器；
- 4——水浴箱；
- 5——混合器；
- 6——反应器；
- 7——吸收器；
- 8——湿式气体流量计。

图 1 试验装置流程示意图

4.2 主要性能

活性炭脱汞催化剂脱汞率试验装置主要性能设计参数见表 1。

表 1 试验装置主要性能设计参数

序号	项 目	参 数
1	反应器中反应管的规格/mm	$\phi 6.0 \times 0.5$
2	使用压力/MPa	常压
3	最高使用温度/ $^{\circ}\text{C}$	80
4	复现性(相对误差)/%	≤ 5

4.3 校验

正常情况下,试验装置的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。

5 样品

5.1 实验室样品

按 GB/T 6679 中的规定取得。

5.2 试样

取适量实验室样品置于瓷研钵内破碎研细,用孔径为 0.380 mm 和 0.830 mm 的试验筛(符合 GB/T 6003.1 中 R40/3 系列)筛分。取粒度为 0.380 mm~0.830 mm 的试样,按附录 A 的规定测定其紧堆密度。

5.3 试料

根据试样的紧堆密度,称取 3.0 mL 对应质量的试样,精确至 0.01 g,待用。

6 试验步骤

警示——本标准所涉及的试验用原料气和尾气(含汞等)对人体健康和安全具有中毒危害,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设施。

6.1 原料气的配制

将液态汞置于汞发生器中,氮气通过汞发生器后将气态汞带出,通过调节水浴温度及氮气流量,控制气体中汞的质量浓度为 $20.0 \text{ mg/m}^3 \sim 25.0 \text{ mg/m}^3$ 。

6.2 试料的填装

在反应管底部垫一层玻璃布,将预先处理干净的 10 mL 粒度为 0.380 mm~0.830 mm 的石英砂用紧堆法装入反应管内,再在石英砂上面垫一层玻璃布,将试料(见 5.3)慢慢倒入反应管内,边加边用木棒轻轻敲打反应管壁,使试料装填紧密、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 5 mm 左右的位置,将反应管接入系统。

6.3 系统试漏

关闭系统所有出口阀和放空阀,通入氮气,将系统升压至 0.1 MPa,关闭系统进口阀。用肥皂水检查各接头连接处,进行试漏。试漏符合要求后打开系统出口阀排气,将系统降至常压。

6.4 汞的吸收

将水浴箱温度升至 $35 \text{ }^\circ\text{C}$,保持恒温。系统通入氮气,控制并调节系统压力为常压、反应器温度为 $25 \text{ }^\circ\text{C}$ 、体积空速为 $10\ 000 \text{ h}^{-1}$ (气体相关的流量校正见附录 B),同时记录湿式气体流量计的起始读数。数小时后(视脱汞催化剂脱汞率大小而定),开始测定反应器进出口气中的汞质量浓度,每 2 h 测定一次。当发现尾气中汞质量浓度增高时,改为每隔 30 min 测定一次;当汞的质量浓度超过 $100 \text{ } \mu\text{g/m}^3$,应立即连续测定 2 次;若测定结果依然超过 $100 \text{ } \mu\text{g/m}^3$ 时,应立即关闭汞发生器,同时记录湿式气体流量计的终止读数。

6.5 汞质量浓度的测定

6.5.1 进口汞质量浓度

取盛有 30 mL 的高锰酸钾-硫酸溶液(一体积的 40 g/L 高锰酸钾,一体积 1+1 硫酸溶液和两体积水)的吸收瓶,吸收 100 mL 进口气。量取 2.00 mL 吸收液转移到 100 mL 容量瓶后,定容,摇匀。然后,按 GB/T 16781.1 的规定采用原子吸收光谱法测定汞质量浓度。

6.5.2 出口汞质量浓度

取盛有 30 mL 的高锰酸钾-硫酸溶液(一体积的 40 g/L 高锰酸钾,一体积 1+1 硫酸溶液和两体积水)的吸收瓶,吸收 300 mL 出口气。量取 10.00 mL 吸收液转移到 100 mL 容量瓶后,定容,摇匀。然后,按 GB/T 16781.1 的规定采用原子吸收光谱法测定汞质量浓度。

6.6 停车

试验结束后,用氮气进行系统置换,15 min 后停止置换。

7 试验数据处理

催化剂的脱汞率以汞容 E 计,按式(1)计算:

$$E = \frac{V(\rho_1 - \rho_2) \times 10^{-6}}{m} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

V ——湿式气体流量计所计气体体积的数值,单位为立方米(m^3);

ρ_1 ——反应器进口气中汞质量浓度的数值,单位为微克每立方米($\mu g/m^3$);

ρ_2 ——反应器出口气中汞质量浓度的数值,单位为微克每立方米($\mu g/m^3$);

m ——催化剂试料质量的数值,单位为克(g)。

取两次连续测定结果的算术平均值为测定结果,两次测定结果的相对误差应不大于 5%。

附 录 A
(规范性附录)
催化剂试样紧堆密度的测定

A.1 试样的堆积

将适量的试样(见 5.2)分成若干份,依次加入 25 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(见 A.1)的质量,精确至 0.01 g。

A.3 紧堆密度的计算

紧堆密度 ρ ,数值以克每毫升(g/mL)表示,按式(A.1)计算:

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

式中:

m_2 ——25 mL 量筒和 10 mL 试样的质量的数值,单位为克(g);

m_1 ——25 mL 量筒的质量的数值,单位为克(g);

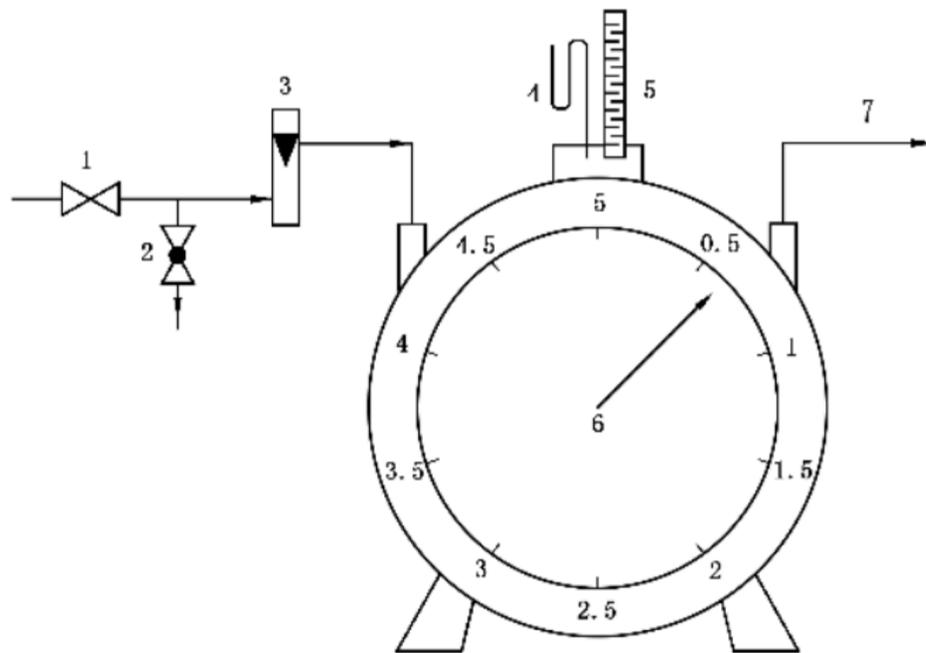
V ——试样的体积的数值,单位为毫升(mL)。

计算结果保留到小数点后两位。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应不大于 2.0%。

附录 B
(规范性附录)
转子流量计流量的校正

B.1 校正装置

湿式气体流量计流量校正装置示意图见图 B.1。



说明：

- 1——原料气进气阀；
- 2——气量调节阀；
- 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 B.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。

B.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。

B.3 流量计算

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

$$Q = \frac{S_v V_{\text{cat}} p_0 T}{60 p T_0} \dots\dots\dots (B.1)$$

式中：

- Q —— 气体体积流量的数值,单位为毫升每分(mL/min)；
- S_v —— 空速的数值,单位为每小时(h^{-1})；
- V_{cat} —— 催化剂试料体积的数值,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)($p_0 = 101\,325\text{ Pa}$)；
- 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)($T_0 = 273\text{ K}$)。