



中华人民共和国黑色冶金行业标准

YB/T 6083—2023

焦炉煤气脱硫脱氰剂

Desulfurizing and decyanating catalyst for coke oven gas

2023-04-21 发布

2023-11-01 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。

本文件由中国钢铁工业协会提出。

本文件由全国钢标准化技术委员会(SAC/TC 183)归口。

本文件起草单位：吉林省宝利科贸有限公司、中国钢铁工业协会、中国炼焦行业协会、煤炭科学技术研究院有限公司、北京建工环境修复股份有限公司、冶金工业信息标准研究院、内蒙古包钢钢联股份有限公司。

本文件主要起草人：李宝利、赵亮、郑景须、石岩峰、曹红彬、赵奇、原波、熊静、王晓远、尚玉。

本文件为首次发布。

焦炉煤气脱硫脱氰剂

警示——使用本文件的人员应有正规实验室工作的实践经验。本文件并未指出所有可能的安全问题。使用者有责任采取适当的安全和健康措施,并保证符合国家有关法规规定的条件。

1 范围

本文件规定了焦炉煤气脱硫脱氰剂的技术要求、试验方法、检验规则、标志、包装、运输、贮存和 safety 注意事项等。

本文件适用于焦炉煤气脱硫脱氰,低、高硫化氢气体(半水煤气、各种合成气、城市煤气、天然气、石油伴生气及炼厂气或其他含硫气体等)和低黏度液体(粗苯、汽油、液态烃等)脱硫脱氰可参照使用。

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 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 8170—2008 数值修约规则与极限数值的表示和判定

GB/T 21524 无机化工产品中粒度的测定 筛分法

GB/T 23771 无机化工产品中堆积密度的测定

GB/T 23948 无机化工产品中水不溶物测定通用方法

3 术语和定义

下列术语和定义适用于本文件。

3.1

焦炉煤气脱硫脱氰剂 desulfurizing and decyanating catalyst for coke oven gas

以双核酞菁钴磺酸盐(PDS, Dinuclear Cobalt-Phthalocyanine Sulfonate)为主要活性成分的湿法氧化法脱硫催化剂。

3.2

催化活性 catalytic activity

催化活性是指脱硫脱氰剂对分子氧的络合活化能力和催化氧化含硫(氰)化合物的能力,其大小与反应前后体系中氧气的平衡分压的压差变化有关,为焦炉煤气脱硫脱氰剂产品主要性能指标。

3.3

活性钴 active cobalt

活性钴指焦炉煤气脱硫脱氰剂活性成分双核酞菁钴磺酸盐中与酞菁环产生络合作用的钴原子。

4 技术要求

脱硫脱氰剂中不应通过物理掺混方式加入对苯二酚、五氧化二钒等危险化学品,且产品应符合表 1 的要求。

表 1 脱硫脱氰剂产品技术指标

指 标 名 称	指 标		
	优级品	一等品	合格品
外观	蓝黑或蓝紫色粉末		
粒度/ μm	≤ 850		
堆密度/(g/cm^3)	≤ 0.80	≤ 0.80	≤ 0.80
水不溶物(质量分数)/%	≤ 5.0	≤ 8.0	≤ 10
催化活性/ min^{-1}	≥ 0.040	≥ 0.030	≥ 0.020
活性钴含量(质量分数)/%	≥ 3.00	≥ 2.70	≥ 2.50
双核酞菁钴磺酸盐含量(质量分数)/%	≥ 70.0	≥ 65.0	≥ 60.0

5 试验方法

除非有另外说明,在试验中使用的试剂不低于分析纯。所用水不低于 GB/T 6682 中规定的三级水要求。

- 5.1 粒度测定采用机械法,按照 GB/T 21524 的规定执行。
- 5.2 堆密度按照 GB/T 23771 的规定执行。
- 5.3 水不溶物测定采用玻璃砂坩埚法,按 GB/T 23948 中的规定进行。
- 5.4 催化活性的测定按附录 A 规定进行。
- 5.5 活性钴含量的测定按附录 B 规定进行。
- 5.6 PDS 含量的测定按附录 C 规定进行。

6 检验规则

- 6.1 产品按 GB/T 6679 的规定取样,也可按商定方法取样。
- 6.2 以每日连续生产的产品为一批。
- 6.3 产品质量指标合格判断,按照 GB/T 8170—2008 中的“修约值比较法”的规定执行。
- 6.4 本文件技术要求表 1 全部项目均为出厂检验项目。出厂检验项目的结果不符合本文件规定的技术要求,允许重新对这批产品采样复验。复验结果即使只有一项指标不符合本文件技术要求,应取双倍量复检,若两次检验的不合格品总数超过规定,则整批产品判为不合格。

7 包装、运输、贮存和质量证明书

- 7.1 本产品用有内衬塑料薄膜的聚丙烯编织袋或复合塑料袋包装。包装上应标产品名称、产品标准编号、供方名称、地址和净重等。
- 7.2 每批出厂产品都应附有质量证明书。证明书内容应包括:产品名称、产品标准编号、供方名称、等

级、批号、净重、出厂日期和本文件规定的各项检验结果。

7.3 本产品₂在 300 ℃以内性质稳定,650 ℃以上完全分解。应贮存于阴凉通风仓库内。在运输过程中应防晒、防潮和防包装袋破损。

8 安全注意事项

8.1 焦炉煤气脱硫脱氰剂无腐蚀性,应远离火种、热源。应与氧化剂分开存放。

8.2 发生火灾时可采用水喷雾灭火。

8.3 当皮肤或衣着沾染脱硫脱氰剂后,应脱去被污染的衣着,用肥皂水和清水冲洗被沾染处。



附录 A

(规范性)

焦炉煤气脱硫脱氰剂活性的测定

A.1 仪器和设备

A.1.1 电烘箱:温度可保持在 $105\text{ }^{\circ}\text{C} \pm 2\text{ }^{\circ}\text{C}$ 。A.1.2 分析天平:精度为 0.0001 g 。A.1.3 磁力搅拌器,速度范围 $50\text{ r/min} \sim 200\text{ r/min}$,搅拌子长度 $20\text{ mm} \sim 30\text{ mm}$ 。

A.2 试剂和材料

A.2.1 硫化钠溶液($\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$), 0.100 mol/L 。称取 24.0 g $\text{Na}_2\text{S} \cdot 9\text{H}_2\text{O}$ 加适量水溶解,全部转移到 1000 mL 容量瓶中稀释至标线,摇匀。

A.2.2 缓冲溶液。

称取 51.30 g 的 $\text{NaH}_2\text{PO}_4 \cdot \text{H}_2\text{O}$, 133.15 g 的 $\text{Na}_2\text{HPO}_4 \cdot 12\text{H}_2\text{O}$ 于 1 L 的烧杯中,用 1000 mL 蒸馏水溶解后,移到容积为 1 L 的试剂瓶中备用,该缓冲溶液 pH 约为 7 。

A.2.3 样品溶液

平行做两份试验。分别称取 0.010 g (精确到 0.001 g) 试样于 50 mL 烧杯中,用适量的缓冲溶液(A.2.2)溶解,移入到 500 mL 容量瓶中,再用缓冲溶液(A.2.2)稀释至标线,摇匀。

A.3 试验步骤

A.3.1 测试装置示意图见图 A.1。

A.3.2 移取 5 mL 样品溶液(A.2.3)注入圆底烧瓶(容量 50 mL)中,将搅拌转子加入到圆底烧瓶中,安装恒压滴液漏斗(容量 25 mL)后,再移取 5 mL 硫化钠溶液(A.2.1)注入漏斗中,装好仪器。

A.3.3 打开止水夹(图1,标号3)平衡气压后关闭止水夹,打开恒压滴液漏斗(图1,标号5)的活塞。

A.3.4 打开磁力搅拌器,记录 5 min 后平衡管内液体高度差值,计算体积。

A.4 试验数据处理

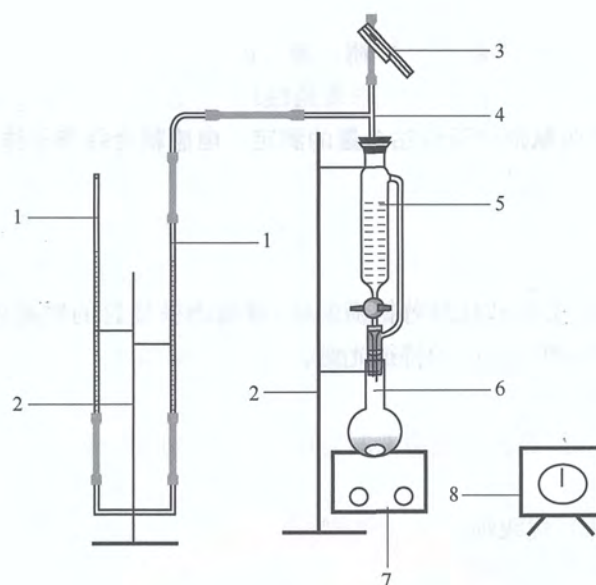
催化活性按式(A.1)计算。

$$c = \frac{V_1 - V_2}{10 \times t} \dots\dots\dots (\text{A.1})$$

式中:

 V_1 ——反应开始时的体积(标准状态),单位为毫升(mL); V_2 ——反应 5 min 后的体积(标准状态),单位为毫升(mL); t ——反应时间,单位为分钟(min); 10 ——反应体系中溶液的体积,单位为毫升(mL)。

测定结果为平行测定的平均值,保留小数点后两位。



标引序号说明：

- 1——量气管；
- 2——铁架台；
- 3——止水夹；
- 4——三通阀；
- 5——恒压滴液漏斗；
- 6——圆底烧瓶；
- 7——磁力搅拌器；
- 8——计时器。

图 A.1 脱硫脱氯剂催化活性测定装置示意图

A.5 精密度

A.5.1 重现性

在重复测定的条件下测定结果的绝对差值不应超过其算数平均值的 5%。

A.5.2 再现性

再现条件下测定结果的绝对差值不应超过其算数平均值的 8%。

附 录 B

(规范性)

焦炉煤气脱硫脱氰剂中活性钴含量的测定 电感耦合等离子体发射光谱法

B.1 原理

在盐酸和硝酸存在下加热分解双核酞菁钴磺酸盐,释放出被络合的钴离子,然后用等离子体原子发射光谱法检测钴原子激发或电离时发射的特征光谱。

B.2 试剂和材料

B.2.1 硝酸($\rho \approx 1.40 \text{ g/mL}$),优级纯。

B.2.2 盐酸($\rho \approx 1.19 \text{ g/mL}$),优级纯。

B.2.3 硝酸溶液:1+9。

B.2.4 盐酸溶液:1+1。

B.2.5 钴校准储备液(1.000 mg/mL)。

称取 0.7036 g 高纯三氧化钴,置于 250 mL 烧杯中,加入 15 mL 盐酸,盖上表面皿,加热煮沸至 Co_2O_3 完全溶解后取下冷却,用水洗净表面皿,转入 500 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

B.3 试验步骤

B.3.1 试验条件

电感耦合等离子体发射光谱仪工作条件设置参考和 Co 元素推荐分析波长如表 B.1 所示。

表 B.1 试验条件

参 数	工 作 条 件
观测方式	水平
入射功率/W	1150
载气流量/(mL/min)	0.5
冷却气流量/(L/min)	14
辅助气流量/(L/min)	0.5
蠕动泵转速/(r/min)	75
短波积分时间/s	15
长波积分时间/s	10
推荐分析波长/nm	228.61, 238.89

B.3.2 校准曲线

分别移取 0 mL 、 0.1 mL 、 0.2 mL 、 0.3 mL 、 0.4 mL 、 0.5 mL 校准储备液(B.2.5)至 6 个 100 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀,得到钴离子浓度为 $0 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $1 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $2 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $3 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $4 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 、 $5 \text{ }\mu\text{g/mL}$ 的较准溶液。

按照仪器性能调节仪器至最佳工作参数,待仪器工作稳定后,依次测定钴离子浓度为 0 μg/mL、1 μg/mL、2 μg/mL、3 μg/mL、4 μg/mL、5 μg/mL 较准溶液的光谱强度。以较准溶液的质量浓度(以 μg/mL 计)为横坐标,以相应的光谱强度值为纵坐标,绘制较准曲线。较准曲线的质量浓度范围可根据测定实际需要进行调整。

B.3.3 试样测定

称取试样 0.1 g(精确至 0.0001 g)于 100 mL 烧杯中,用少量水润湿,加入 15 mL 盐酸和 5 mL 硝酸,盖上表面皿,加热至沸,保持微沸 15 min,稍微移开表面皿继续加热,使酸全部蒸发至近干涸,以赶尽硝酸,冷却后加入 20 mL 盐酸溶液,加热溶解,冷却至室温后转移至 1000 mL 容量瓶中,用水稀释至标线,摇匀。

按照较准曲线测定过程中仪器的条件(B.5.1)测定试样溶液的强度,在工作曲线中查出试样的溶液质量浓度(C_1)。平行测定两次。

B.4 试验结果的计算和表示

试样中活性钴含量 A 以质量分数表示,按式(B.1)计算

$$A = \frac{(C_1 - C_2) \times V}{m_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots (B.1)$$

式中:

C_1 ——样品中钴的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

C_2 ——空白中钴的质量浓度,单位为微克每毫升(μg/mL);

V ——稀释试样体积,单位为毫升(mL);

m_1 ——称取试样质量,单位为微克(μg)。

结果为两次平行测定结果的算术平均值,保留小数点后两位。

B.5 精密度

B.5.1 重复性

在重复测定的条件下测定结果的绝对差值不应超过其算术平均值的 1%。

B.5.2 再现性

再现条件下测定结果的绝对差值不应超过其算术平均值的 2%。

附录 C

(规范性)

焦炉煤气脱硫脱氰剂中双核酞菁钴磺酸盐含量的测定

C.1 原理

双核酞菁钴磺酸盐(PDS)水溶液为酞菁蓝色,溶液颜色的深浅随浓度的大小而变化,具有吸光能力,采用分光光度法,在特定吸收波长下测定焦炉脱硫脱氰剂中 PDS 质量分数。PDS 在 650~690 nm 之间有一较强的吸收峰,其最大吸收波长为 668 nm。在氢氧化钠(0.6 mol/L)溶液介质中 PDS 的可见光吸收较为明显,且这一碱性条件又与生产运行的脱硫液的碱度相吻合,因此选择氢氧化钠(C.2.1)为介质,668 nm 为吸收波长来测定焦炉脱硫脱氰剂中 PDS 质量分数。如图 C.1 所示。

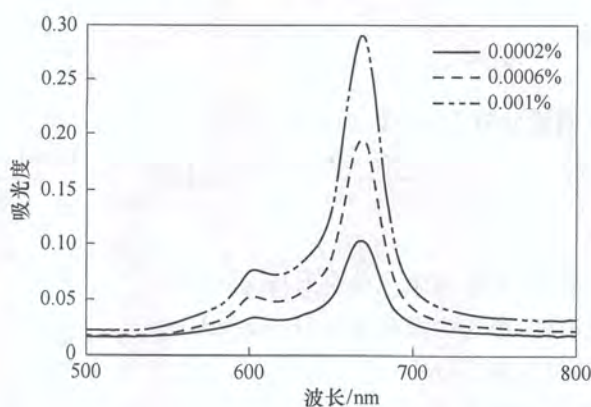


图 C.1 PDS 在 0.6 mol/L 氢氧化钠溶液中可见光吸收

C.2 试剂和溶液

C.2.1 氢氧化钠溶液(NaOH), 0.6 mol/L。

C.2.2 校准储备液, 0.1 mg/mL。

取 1.000 g 焦炉脱硫脱氰剂优级品,以去离子水为溶剂,用索氏提取法提纯去除水不溶物,循环 2 h 左右,溶液用玻璃砂漏斗过滤全通过即可。将滤液浓缩干燥得焦炉脱硫脱氰剂校准样品。准确称取 0.1000 g 校准样品,置于 250 mL 烧杯中,搅拌使之充分溶解,并移至 1000 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀后即为焦炉煤气脱硫脱氰剂校准储备液。

C.3 校准曲线

移取 0 mL、1 mL、2 mL、3 mL、4 mL、5 mL 焦炉脱硫脱氰剂校准储备液(C.2.2),分别置于 6 个 50 mL 的容量瓶中。用氢氧化钠溶液(C.2.1)稀释至刻度,摇匀。配成浓度分别为 0 $\mu\text{g/mL}$ 、2 $\mu\text{g/mL}$ 、4 $\mu\text{g/mL}$ 、6 $\mu\text{g/mL}$ 、8 $\mu\text{g/mL}$ 、10 $\mu\text{g/mL}$ 的校准溶液。取 1 cm 比色皿,以脱硫脱氰剂浓度为 0 $\mu\text{g/mL}$ 溶液为参比,用分光光度计于波长 668 nm 分别测得焦炉煤气脱硫脱氰剂校准溶液的吸光度,并绘制出校准曲线。

C.4 测定试样

称取 0.1000 g 焦炉煤气脱硫脱氰剂样品两份,置于 250 mL 烧杯中,搅拌使之充分溶解,并移至 1000 mL 容量瓶中,用蒸馏水稀释至刻度,摇匀。移取样品溶液 2 mL 置于 50 mL 容量瓶中,用 NaOH 溶液(C.2.1)稀释至标线。取 1 cm 比色皿、波长 668 nm,以脱硫脱氰剂浓度为 0 mg/L 的溶液为参比,用分光光度计测得焦炉煤气脱硫脱氰剂样品的吸光度。根据测得的吸光度,由焦炉煤气脱硫脱氰剂校准曲线上查出样品中 PDS 的质量浓度,并根据试样质量和定容体积计算出样品中 PDS 的质量分数。平行测定两次。

C.5 试验结果计算

PDS 质量分数 w ,按公式(C.1)计算

$$w = \frac{\rho \times V \times n \times 10^{-6}}{m} \dots\dots\dots (C.1)$$

式中:

ρ ——试样溶液中 PDS 的质量浓度,单位为微克每毫升($\mu\text{g/mL}$);

V ——试样体积,单位为毫升(mL);

n ——稀释倍数;

m ——试样质量,单位为克(g)。

测定结果为两次平行测定结果的算术平均值,保留小数点后两位。

C.6 精密度

C.6.1 重复性

在重复测定的条件下测定结果的绝对差值不应超过其算术平均值的 0.4%。

C.6.2 再现性

再现条件下测定结果的绝对差值不应超过其算术平均值的 0.6%。

中华人民共和国黑色冶金
行 业 标 准
焦炉煤气脱硫脱氰剂
YB/T 6083—2023

*

冶金工业出版社出版发行
北京市东城区嵩祝院北巷39号
邮政编码:100009
北京捷迅佳彩印刷有限公司印刷
各地新华书店经销

*

开本 880×1230 1/16 印张 1 字数 24 千字
2023 年 7 月第一版 2023 年 7 月第一次印刷

*

统一书号:155024·4009 定价:60.00 元

155024·4009



9 715502 440094 >