СОГЛАСОВАНО

Сибирское отделение АН СССР
Межотраслевого научно-технического комплекса "Катализатор"
Зам. генерального директора
член-кор. АН СССР
Р.А.Буянов
тел. №101 9/1
от 15.03.90.

УТВЕРЖДАЮ

Государственный ордена Трудового Красного Знамени научно-исследовательский и проектный институт азотной промышленности и продуктов органического синтеза
Директор
И.М.Кисиль
1990 г.

ОТРАСЛЕВОЙ СТАНДАРТ

КАТАЛИЗАТОР НИКЕЛЬХРОМОВЫЙ

ОСТ 113-03-4001-90

Взамен ОСТ 113-03-314-86

Срок действия установлен:
с 01.01.91.
до 01.01.96.

УДК 669.24:26.097.3.

КОД ОКП 2172110000.

Несоблюдение стандарта преследуется по закону.

Настоящий стандарт распространяется на катализатор никельхромовый, восстановленный и пассивированный, применяемый для гидрирования бензола, анилина, фенола, альдегидов гидрогидролиза, изотопного обмена и тонкой очистки водорода от кислорода, окиси углерода и двуокиси углерода (при начальной суммарной объемной доли $CO + CO_2$ не более 0,6-0,7 %).

Термостойкость катализатора не более 325 °С.

ГОССТАНДАРТ СССР
Всесоюзный
НАУЧНО-ИССЛЕДОВАТЕЛЬСКИЙ ИНСТИТУТ
ТЕХНИЧЕСКОЙ КООРДИНАЦИИ ИНФОРМАЦИИ
И КОДИРОВАНИЯ
ВНИИКИ
ЗАРЕГИСТРИРОВАН И ВНЕСЕН В РЕЕСТР
ГОСУДАРСТВЕННОЙ РЕГИСТРАЦИИ
№ 8432215 от 90.12.27

gost.e-ecolog.ru

I. ТЕХНИЧЕСКИЕ ТРЕБОВАНИЯ

I.I. Катализатор никельхромовый должен соответствовать требованиям настоящего стандарта и технологическому регламенту, утвержденному в установленном порядке.

I.2. По физико-химическим показателям катализатор никельхромовый должен соответствовать требованиям и нормам, указанным в таблице:

Таблица

Наименование показателей	Норма	Метод испытаний
КОД ОКП 2I72II0I00		
I. Внешний вид	Черные блестящие таблетки цилиндрического типа.	по п.4.I. настоящего ОСТа
2. Размеры, мм		
диаметр	5,0 ± I,0	по п.4.2. настоящего ОСТа
высота	5,0 ± I,0	
3. Механическая прочность-разрушающее усилие при раздавливании по образующей, МПа, не менее		
средняя	2,5 (25 кГс/см^2)	по п.4.3. настоящего ОСТа
минимальная	I,0 (I0 кГс/см^2)	
4. Насыпная плотность, г/см^3, не более	I,4	по п.4.4. настоящего ОСТа
5. Массовая доля никеля (Ni) в пересчете на сухое вещество, %, не менее	48,0	по п.4.5. настоящего ОСТа
6. Массовая доля оксида хрома (Cr_2O_3) в пересчете на сухое вещество, не менее	27,0	по п.4.6. настоящего ОСТа
7. Массовая доля воды, %, не более	6,0	по п.4.7. настоящего ОСТа
8. Массовая доля сульфидной серы (S), в пересчете на сухое вещество, %, не более	0,05	по п.4.8. настоящего ОСТа

Продолжение таблицы

Наименование показателей	Норма	Метод испытаний
9. Массовая доля пыли и крошки, %, не более	3,0	по п.4.9. настоящего ОСТа
IO. Активность катализатора, определяемая скоростью гидрирования бензола, не менее $\frac{\text{г. бензола}}{\text{г. катализатора, ч}}$	7,0	по п.4.IO. настоящего ОСТа

ПРИМЕЧАНИЕ: По требованию отдельных потребителей партии никельхромового катализатора будут отбираться с механической прочностью не менее 3,0 МПа средняя, и не менее I,5 МПа минимальная.

2. ТРЕБОВАНИЯ БЕЗОПАСНОСТИ

2.I. Никельхромовый катализатор представляет собой оксиды никеля и хрома с добавкой графита, спресованные в таблетки. Пылевоздушная смесь катализатора не взрывоопасна.

2.2. Пыль катализатора вредна для человека. При вдыхании ее развивается силикоз, а присутствующие в катализаторе соединения хрома оказывают общетоксическое действие на организм, поражая главным образом, желудочно-кишечный тракт и органы дыхания. При малых концентрациях пыли катализатора в воздухе наблюдается легкое раздражение слизистой оболочки носа, насморк, чихание, небольшие слизистые кровотечения.

При увеличении концентрации пыли катализатора в воздухе к вышеописанным явлениям присоединяется омертвление отдельных участков слизистой оболочки носа, изъязвление ее, и, наконец, прободение хрящевой части носовой перегородки, на слизистой оболочке рта иногда образуются мелкие желтоватые изъязвления, медленно излечивающиеся.

При длительном действии на кожу пыль катализатора вызывает изъязвление в местах царапин и ссадин.

2.3. Предельно-допустимая массовая концентрация в зоне рабочих помещений, в пересчете на Cr_2O_3 - 0,01 мг/м^3.

2.4. Работающим с катализатором необходимо:

руки и нос смазывать вазелином или специальным кремом;

полоскать рот холодной кипяченной водой;

пользоваться индивидуальными средствами защиты: респиратором, резиновыми перчатками;

работать в спецодежде в соответствии с "Типовыми отраслевыми нормами и бесплатной выдачи спецодежды, спецобуви и предохранительных приспособлений";

обеспечивать спецодеждой по установленным нормам;

подвергаться не реже 1 раза в 12 месяцев медицинскому осмотру.

2.5. При работе с катализатором в помещениях должна быть включена вытяжная вентиляция.

2.6. В помещениях необходимо проводить мокрую уборку.

2.7. Никельхромовый катализатор пирофорен и поэтому его выпускают в пассивированном виде, т.е. активная поверхность его покрыта пленкой окислов никеля. При попадании на катализатор горючих газов в атмосфере воздуха последний загорается.

В местах работы с катализатором на 75 м^2 площади должны находится следующие средства пожаротушения: огнетушители марки ОП-5, ОУБ-6, ОПС-5, ящик с песком и лопатой, кошма, войлок или асбестовое полотно.

2.8. По токсичности и опасности согласно ГОСТ 12.1.007-76 никельхромовый катализатор относится к 1 классу.

3. ПРАВИЛА ПРИЕМКИ

3.1. Никельхромовый катализатор , транспортируемый в металлических барабанах, поставляют партиями. Партией считается количество однородного по своим качественным показателям катализатора, выгружаемого за один цикл из реактора восстановления и пассивации массой не более 6,0 т.

3.2. Для контрольной проверки качества никельхромового катализатора на соответствие его показателей требованиям настоящих технических условий должны применяться правила отбора проб и методы анализа, указанные ниже.

3.3. Пробу катализатора отбирают совком до глубины не менее 100 мм, 50 - 100 г катализатора 25% барабанов, Отобранные пробы сое-

диняют вместе, тщательно перемешивают и методом квартования сокращают до средней пробы общей массой 0,5 кг.

На банку наклеивают этикетку с обозначениями:

название продукта;

номер партии;

дата отбора пробы.

Банку направляют в лабораторию для производства анализа. В лаборатории пробу делят на две части: из одной выполняют все анализы, другую хранят в закрытой банке в течение 6 месяцев при обычных условиях, для проведения повторного анализа по требованию потребителя.

3.5. При получении неудовлетворительных результатов анализа, хотя бы по одному из показателей, должны производиться повторные анализы средней пробы, отобранной из удвоенного количества тарных мест.

Результаты повторных анализов являются окончательными.

4. МЕТОДЫ ИСПЫТАНИЙ

4.I. Определение внешнего вида.

Внешний вид определяется визуально.

4.2. Определение размеров таблеток

4.2.I. Средства измерения

Штангенциркуль по ГОСТ I66-80 или микрометр ГОСТ 6507-78.

4.2.2. Проведение измерения

Из средней пробы отбирают, методом квартования, 30 целых таблеток катализатора правильной формы без видимых трещин и разрушений, и штангенциркулем измеряют диаметр и высоту каждой таблетки с погрешностью до 0,I мм.

Размер каждой гранулы должен укладываться в нормы технических требований.

При определении диаметра и высоты каждой гранулы берется среднее арифметическое не менее чем двух измерений.

За результат определения принимают среднеарифметическое от измерения 30 гранул.

4.3. Определение механической прочности

Измерение механической прочности по образующей проводят раздавливанием таблетки катализатора между двумя параллельны-

ми плоскостями при приложении разрушающего усилия перпендикулярно оси цилиндрической таблетки.

4.3.1. Средства измерений

Прибор МП-2С (или МП-9С) с диапазоном измерений усилий от 0,01-200 кг (рис.1).

Штангенциркуль ГОСТ 166-80.

4.3.2. Подготовка к проведению измерений

Измерения проводят на 30 таблетках отобранных по п.4.2.2.

4.3.3. Алгоритм выполнения измерений

Образец, подготовленный к испытанию, устанавливают на плоский рабочий столик, на поверхности которого для точности установки образца имеются концентрические окружности. В муфту на пластине вместо конуса вставляется раздавливающее устройство.

По шкале с помощью переключателей устанавливают необходимую скорость подъема столика 2-5 мм/мин. (для прибора МП-2С) и включают электропривод. Усилие разрушения гранул фиксируется по положению стрелки индикатора (стрелка резко отклоняется в левую сторону шкалы в момент разрушения таблетки).

Показания индикатора записываются после каждого измерения в лабораторный журнал, результаты измерений разрушающих усилий и расчет механической прочности испытуемых таблеток - в таблицу.

После каждого единичного измерения необходимо тщательно очищать столик и опору прибора от мелочи и пыли катализатора, оставшуюся от предыдущего измерения.

4.3.4. Обработка и представление результатов

Величину механической прочности таблетки катализатора, в МПа, вычисляют как отношение разрушающего усилия к площади сечения таблетки:

$$P = \frac{A \cdot N}{S \cdot 9,81 \cdot 0,01}$$

где P- прочность в МПа

№ - показания индикатора , мм

A - градуировочный коэффициент для индикатора

S - площадь сечения, $мм^2$

0,01 - пересчет $мм^2$ в $см^2$

9,81 - пересчет $кг/см^2$ в МПа

$$S = d \cdot h$$

где h - высота таблетки, мм;

d - диаметр таблетки, мм.

Среднюю механическую прочность данной партии катализатора определяют как среднее арифметическое 30 значений прочности испытуемых таблеток.

Минимальное значение механической прочности определяют как среднее арифметическое 5 минимальных значений прочности 30 испытуемых таблеток.

4.4. Определение насыпной плотности

Принцип метода основан на уплотнении катализатора, помещенного в мерный стеклянный цилиндр, в результате легких ударов, наносимых резиновой поверхностью вибрируемого столика по дну цилиндра, или постукиванием цилиндра о деревянную доску.

4.4.1. Средства измерений

Весы лабораторные общего назначения по ГОСТ 24104-80Е, 4 класса, наибольший предел взвешивания до 1,0 кг или другого типа;

комплект гирь Г4-1111,10 ГОСТ 7328-82;

вибратор типа В конструкции ГрозНИИ;

цилиндр 1-100, ГОСТ 1770-74, цена наименьшего деления 1 $см^3$, допускаемое отклонение $\pm$ 1 $см^3$.

В предварительно взвешенный цилиндр насыпают порциями по 20-30 $см^3$ катализатор, уплотняют каждый раз содержимое постукиванием цилиндра о деревянную доску или на вибраторе.

Наполнив цилиндр до метки, встряхивают содержимое его до тех пор, пока объем катализатора не будет постоянным и равным 100 $см^3$.

Время встряхивания 2-3 минуты.

4.4.3. Обработка результатов

Насыпную плотность (X_I) в г/$см^3$ вычисляют по формуле:

$$X_I = \frac{m - m_1}{V}$$

где m - масса цилиндра с катализатором, г;

m_1 - масса пустого цилиндра, г;

V - объем катализатора, $см^3$.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов 2-х параллельных определений, расхождение между которыми наиболее отличающимися значениями которых не превышает

допускаемого расхождения , равного 0,1 г/см^3, при доверительной вероятности P=0,95.

4.5. Определение массовой доли никеля

Принцип метода основан на комплексонометрическом титровании никеля при pH 10 в присутствии сульфарсазена.

4.5.1. Применяемые приборы, реактивы и растворы:

Весы аналитические ВЛР-200 или другого типа, не ниже 2-го класса точности с наибольшим пределом взвешивания 200 г;

набор гирь Г-2-210 ГОСТ 7328-82;

плитка электрическая;

бумага лакмусовая;

пипетка 1-2-1 ГОСТ 20292-74;

пипетка 1-2-5 ГОСТ 20292-74;

пипетка 2-2-25 ГОСТ 20292-74;

колбы мерные:

1-250-2 ГОСТ 1770-74;

$К_н$-2-250-34 ТС ГОСТ 25336-82;

бюретка 3-2-25-01 ГОСТ 20292-74;

цилиндр 1-100-1 ГОСТ 1770-74;

стакан ВН-200 ТС ГОСТ 25336-82;

вода дистиллированная, получаемая в перегонных аппаратах, ГОСТ 6907-72;

кислота серная ГОСТ 4204-77, ч.д.а., с массовой долей 20 % и концентрированная;

кислота хлорная ТУ 6-09-2878-73 х.ч.;

индикатор сульфарсазен ТУ 6-09-4681-78, ч.д.а., готовят по ГОСТ 4919.1-77;

натрий тетраборнокислый (бура), ГОСТ 4199-76, ч.д.а., $С(Na_2B_4O_7 \cdot 10H_2O)$ = 0,05 моль/дм^3; раствор готовят по ГОСТ 4919.2-77;

соль динатриевая этилендиамин №,№,№',№' тетрауксусной кислоты, двухводная(трилон Б) ГОСТ 10652-73 $С(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 \cdot 2H_2O)$ ≈ 0,05 моль/дм^3, готовят по ГОСТ 10398-76;

боратный буферный раствор с pH 10 готовят по ГОСТ 4919.2-77;

аммиак водный ГОСТ 3760-79 с массовой долей 10 %, готовят по ГОСТ 4517-87.

4.5.2. Проведение испытаний

0,5 г тонкорастертого никельхромового катализатора, взвешенного с погрешностью не более 0,2 мг, помещают в стакан, добавляют 5,0 $см^3$ концентрированной серной кислоты и 10 $см^3$ хлорной кислоты, закрывают часовым стеклом и нагревают на электроплитке до полного растворения и окисления 3-х валентного хрома в 6-ти валетный , до полного разложения серной кислоты и образования кристаллов. Осадок охлаждают, добавляют 50 $см^3$ дистиллированной воды, нагревают на электроплитке до растворения осадка, затем охлаждают, переводят в мерную колбу вместимостью 250 $см^3$, доводят дистиллированной водой до метки и перемешивают.

Раствор используют для определения массовой доли никеля и оксида хрома.

4.5.3. Алгоритм выполнения измерений

Из мерной колбы вместимостью 250 $см^3$ пипеткой отбирают 25 $см^3$ раствора в коническую колбу вместимостью 250 $см^3$, нейтрализуют раствором аммиака до изменения цвета лакмусовой бумаги в синий, разбавляют до 100 $см^3$ дистиллированной водой, приливают 20 $см^3$ боратного буферного раствора, 1 $см^3$ раствора индикатора сульфарсазена, перемешивают и титруют раствором трилона Б до перехода окраски из красной в лимонно-желтую.

4.5.4. Обработка и представление результатов измерений

Массовую долю никеля, в процентах, вычисляют, по формуле:

$$Ni = \frac{V \cdot 0,002935 \cdot 250 \cdot 100 \cdot 100 \cdot K}{m \cdot 25 \cdot (100 - W)}$$

где V – объем раствора трилона Б молярной концентрации $C(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 2H_2O) = 0,05$ моль/$дм^3$, израсходованной на титрование, $см^3$;

0,002935 – масса никеля, соответствующая 1,0 $см^3$ раствора трилона Б молярной концентрации $C(C_{10}H_{14}O_8N_2Na_2 2H_2O) = 0,05$ моль/$дм^3$;

K – поправочный коэффициент для приведения действительной молярной концентрации трилона Б к номинальной $C(ТрБ)=0,05$ моль/$дм^3$;

m – масса навески катализатора, г;

W – массовая доля воды, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не превышает значения допускаемого расхождения, равного 1,0 % при доверительной вероятности Р=0,95.

4.6. Определение массовой доли оксида хрома

Принцип метода основан на взаимодействии шестивалентного хрома в кислой среде с иодистым калием с выделением свободного иода в эквивалентном количестве и титрованием его раствором натрия сернова тистокислого в присутствии крахмала.

4.6.1. Применяемые приборы, реактивы и растворы:

Бюретка 2-2-25 ГОСТ 20292-74;

пипетка 2-2-25 ГОСТ 20292-74;

колба $К_н$ -2-250-34-ТС ГОСТ 25336-82;

вода дистиллированная, получаемая в перегонных аппаратах, ГОСТ 6709-72;

калий йодистый ГОСТ 4232-74 раствор с массовой долей 10 % готовят по ГОСТ 4517-77;

кислота серная ГОСТ 4204-77, ч.д.а. с массовой долей 20 %;

натрий сернова тистокислый (тиосульфат натрия) ГОСТ 27068-86 $С(Na_2S_2O_3 5H_2O)$ = 0,1 моль/дм^3, раствор готовят по ГОСТ 4919.1-76;

крахмал растворимый ГОСТ 10163-76, с массовой долей 1.0%.

4.6.2. Подготовка к проведению измерений

Отбирают 25 см^3 раствора, приготовленного для определения массовой доли никеля, помещают в коническую колбу вместимостью 250 см^3, разбавляют дистиллированной водой примерно до 80-100 см^3, добавляют 10 см^3 раствора серной кислоты и 10-15 см^3 йодистого калия с массовой долей 10 %, колбу закрывают часовым стеклом и ставят в темное место на 10 минут, после чего выделившийся иод оттитровывают 0,1 моль/дм^3 раствором тиосульфата натрия, при этом раствор постепенно светлеет, после того как он станет светло-желтым, добавляют 2-3 см^3 раствора крахмала и дальше продолжают титровать по каплям, перемешивая после добавления каждой капли тиосульфата натрия.

Титруют до исчезновения синей окраски раствора.

4.6.3. Обработка и представление результатов измерений

Массовую долю оксида хрома, в процентах, в пересчете на сухое вещество, вычисляют по формуле:

$$Cч_2O_3 = \frac{V \cdot 0{,}00253 \cdot K \cdot 250 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot 25 \cdot (100 - W)}$$

где V – объем раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $C(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}1$ моль/дм^3, израсходованный на титрование, см^3;

0,00253 – масса оксида хрома, соответствующая точно 1 см^3 раствора тиосульфата натрия молярной концентрации $C(Na_2S_2O_3 \cdot 5H_2O) = 0{,}1$ моль/дм^3;

m – масса навески катализатора, г;

W – массовая доля воды, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное значение расхождение между которыми не должны превышать значения допускаемого расхождения равного 1,0% при доверительной вероятности $P=0{,}95$.

4.7. Определение массовой доли влаги

Сущность метода основана на отгонке паров воды из катализатора с помощью органического растворителя.

4.7.1. Средства измерений и реактивы

Весы лабораторные общего назначения ГОСТ 24104-80Е, 4 класса с наибольшим пределом взвешивания до 200 г или другого типа;

комплект гирь Г-4-2П,10 ГОСТ 7328-82;

колба $К_н$-2-500-34ТС ГОСТ 25336-82;

приемник-ловушка для воды ГОСТ 1594-69;

толуол ГОСТ 5789-78.

4.7.2. Подготовка к проведению измерений

Прибор для определения влаги в катализаторе собран по методу Дина и Старка. В качестве растворителя применяют толуол, насыщенный водой при температуре окружающего воздуха.

Прибор состоит из круглодонной стеклянной колбы вместимостью 500 см^3, холодильника, приемника-ловушки, представляющего собой градуированную цилиндрическую пробирку вместимостью 10 см^3 с конической нижней частью.

В предварительно промытую и просушенную в сушильном шкафу колбу прибора помещают 20-25 г катализатора (в таблетках), взвешенного на технических весах с погрешностью 0,1 г и прибавляют 150-200 $см^3$ толуола. Приемник-ловушка с колбой соединяются с помощью шлифа. Колбу и холодильник устанавливают на штативе, в рубашку холодильника пускают воду и подставляют под колбу колбонагреватель.

Конденсирующиеся в холодильнике пары стекают в пробирку, вода собирается в ее нижней части. Иногда в конце определения в трубке холодильника задерживаются капли воды, их смывают кратковременным сильным кипячением, а если это не помогает, то их сталкивают на дно градуированной пробирки приемника медной или стеклянной палочкой. Перегонку прекращают, как только объем воды в приемнике-ловушке перестанет увеличиваться. Если при этом растворитель имеет мутный вид, то пробирку выдерживают 30 минут в водяной бане с температурой 60-70 °С. Прозрачный растворитель охлаждают и определяют содержание воды.

4.7.3. Обработка и представление результатов измерений

Массовую долю воды, в процентах, вычисляют по формуле:

$$W = \frac{V}{m} \cdot 100$$

где V – объем воды в приемнике-ловушке, $см^3$;

m – масса навески катализатора, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное значение расхождение между которыми не должно превышать значения допускаемого расхождения, равного 0,5 % при доверительной вероятности P=0,95.

4.8. Определение массовой доли сульфидной серы

Сущность метода основана на каталитическом восстановлении серосодержащих соединений в катализаторе до сульфида. При подкислении раствора соляной кислотой выделяется сероводород, который поглощают раствором едкого натра в ацетоне, образующийся сульфид натрия титруют раствором ацетата ртути в присутствии дитизона.

4.8.1. Средства измерений и реактивы

Весы лабораторные общего назначения ГОСТ 24104-88Е 2 класса с диапазоном взвешивания от 0,2 мг до 200 г, ценой наименьшего

деления 1.10^{-4} или другого типа;

набор гирь Г-2-210 ГОСТ 7328-82;

пипетка 2-2-25 ГОСТ 20292-74;

бюретка 6-2-2 ГОСТ 20292-74;

колба 2-1000-2 ГОСТ 1770-74;

прибор для определения серы рис.2;

азот газообразный ГОСТ 9293-74;

ацетон ГОСТ 2603-79;

вода дистиллированная ГОСТ 6709-72, получаемая в перегонных аппаратах;

дитизон (дифенилтиокарбозон) ГОСТ 10165-79;

едкий натр С(NaOH) = 0,1 моль/дм^3 ГОСТ 4328-77, готовят по ГОСТ 25794.1-83;

кислота соляная ГОСТ 3118-77 (разбавленная 1:1);

кислота уксусная ГОСТ 61-75 х.ч. концентрированная;

спирт этиловый ГОСТ 18300-87, технический 1 сорт;

окись ртути желтая ГОСТ 5230-74.

4.8.2. Подготовка и проведение измерений

4.8.2.1. Приготовление раствора уксуснокислой ртути

В мерной колбе вместимостью 1000 см^3 растворяют 0,675 г высушенной окиси ртути в 100 см^3 дистиллированной воды, содержащей 5,0 см^3 уксусной кислоты и доливают раствор водой до 1000 см^3.

Желтую окись ртути сушат на пергаментной бумаге при температуре 45-50 ^{0}С , растирают стеклянной пробкой и переносят в темную банку.

4.8.3. Прибор для определения содержания серы в катализаторе в собранном виде показан на рис. 2.

Навеску катализатора 0,1-0,2 г переносят в реакционную колбу, объемом 150-100 см^3, катализатор смачивают несколькими каплями этилового спирта.

В поглотитель наливают раствор С(NaOH)=0,1 моль/дм^3 и ацетона (30-50 см^3 в соотношении 1:1 выше верхнего витка змеевика, примерно на 10 мм, прибавляют несколько кристалликов дитизона и 1-2 капли раствора уксуснокислой ртути до слаборозовой окраски раствора. Собирают прибор, как показано на рис. 2, включают ток азота (2-3 пузырька в 1 сек.).

После продувки, не прекращая подачи азота, из воронки в колбу постепенно добавляют 15 $см^3$ соляной кислоты (1:1). Растворение навески проводят с подогревом, при слабом кипении.

Выделившийся в результате разложения сероводород медленным током азота увлекается в абсорбер, где поглощается ацетоновым раствором щелочи, содержащим дитизон, изменяя его окраску от слаборозовой до желтой. По мере перехода окраски щелочного раствора в абсорбере из розовой в желтую добавляют по каплям раствор уксуснокислой ртути до возвращения первоначальной розовой окраски раствора.

При большом содержании серы в осадок выпадают черные хлопья сульфида серы. В этом случае необходимо брать меньшую навеску катализатора.

Определение считается законченным после того, как розовая окраска раствора в абсорбере остается неизменной в течение 20 минут.

4.8.4. Обработка и представление результатов измерений

Массовую долю серы в катализаторе (X_3) в процентах вычисляют по формуле:

$$X_3 = \frac{V \cdot 0{,}0001 \cdot 100 \cdot 100}{m \cdot (100 - W)}$$

где V – объем раствора уксуснокислой ртути, израсходованный на титрование, $см^3$;

0,0001 – масса серы, соответствующая 1 $см^3$ уксуснокислой ртути, приготовленной по п.4.8.2.1., г;

m – масса навески катализатора, г;

W – массовая доля воды, %.

За результат анализа принимают среднее арифметическое двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения, равного 0,002 % при доверительной P=0,95.

4.9. Определение массовой доли пыли и крошки

4.9.1. Средства измерений

Весы лабораторные ГОСТ 24104-80Е, 4 класса, наибольший предел взвешивания до 1 кг;

сита проволочные с квадратными ячейками, величины которых составляют не менее 60 % номинального размера гранул катализатора, что соответствует размеру ячеек 3 мм ± 0,6 мм;

цилиндр 1-100 ГОСТ 1770-74;
чашка фарфоровая ГОСТ 9147-80.

4.9.2. Подготовка и проведение измерений

Учитывая гигроскопичность катализатора, перед взвешиванием и рассеиванием пробу катализатора, помещенную в открытую чашку, выдержать в течение 1 часа в помещении , где будет производиться рассев.

100 $см^3$ катализатора взвешивают на весах и просеивают на проволочном сите. После отсева остаток на сите и отсев взвешивают. Результат проверяют по балансу.

Потери при рассеивании не должны превышать 2,0 %.

4.9.3. Обработка и представление результатов измерений

Массовую долю пыли и крошки (X_4) в процентах и потери при просеивании (X_5) в процентах рассчитывают по формуле:

$$X_4 = \frac{b}{m} : 100;$$

$$X_5 = \frac{[m-(m_1+b)].100}{m}$$

где m - масса катализатора до просеивания, г;
b - масса пыли и крошки (отсев), г;
m_1 - масса катализатора после просеивания (остаток на сите), г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое результатов двух параллельных определений, абсолютное значение расхождения между которыми не должно превышать значения допускаемого расхождения, равного 0,5 % при доверительной вероятности P=0,95.

4.10. Определение активности никельхромового катализатора

Метод основан на определении скорости гидрирования бензола в циклогексан на циркуляционной установке.

4.10.1. Средства измерений и реактивы

Рефрактометр ИРФ-22 или другой марки;
установка для определения активности рис.3;
бензол ГОСТ 5955-75;
водород ГОСТ 3022-80 марки А;
ацетон ГОСТ 2603-79;
двуокись углерода твердая (сухой лед) ГОСТ 12162-77;
активная окись алюминия ГОСТ 8136-85 или ТУ 113-03-07-50-87.

4.10.2. Подготовка к проведению измерений

Активную окись алюминия загружают в осушительные колонки и прокаливают при температуре 400 °С до прекращения выделения влаги. Регенерацию активной окиси алюминия проводят один раз в квартал.

Очистка бензола от примесей и влаги проводится следующим образом: 500 $см^3$ бензола отбирают в емкость с притертой пробкой. 100 $см^3$ никельхромового катализатора фракции 1,5-2,0 мм загружают в реактор и восстанавливают очищенным от примесей кислорода и влаги водородом при температуре 300 °С в течение 6-ти часов. Катализатор охлаждают в токе водорода до комнатной температуры, затем высыпают в емкость с бензолом, встряхивают и оставляют на сутки. Затем катализатор отделяют от бензола фильтрованием. В отфильтрованный бензол засыпают 100 г активной окиси алюминия, предварительно прокаленной при температуре 400 °С и охлаждают до комнатной температуры и оставляют на сутки.

Бензол с активной окисью алюминия встряхивают и оставляют на сутки. После отстаивания бензола с окисью алюминия в течение суток, проверяют показатель преломления бензола на рефрактометре. При n=1,5010 бензол можно использовать для проведения испытания.

Проточно-циркуляционная установка для проведения испытаний никельхромового катализатора состоит из четырех узлов: узла очистки водорода, узла восстановления пробы катализатора, узла насыщения водорода бензолом и узла гидрирования.

Узел очистки водорода от примесей кислорода и окиси углерода состоит из реактора предкатализа 2, загруженного никельхромовым катализатором и помещенного в электроподогреватель, осушительных колонок 3,4 с активной окисью алюминия, снабженных электроподогревателем.

Узел восстановления проб состоит из реометра (7), колонки осушки (8), смесителя (9), реактора (15), электропечи (16). Узел насыщения водорода бензолом состоит из реометра (5), колонки осушки (6), испарителя (10) и конденсатора (11).

Узел гидрирования состоит из реактора (15), циркуляционного насоса (12), клапанной коробки (13), помещенных в воздушный термостат (14) и ловушки (18), помещенной в сосуд с охлаждающей смесью (17).

4.10.2.1. Очистка водорода

В реактор предкатализа загружают таблетки никельхромового катализатора, пропускают водород на выброс, поднимают температуру до 300 °С и восстановление катализатора продолжают до прекращения выделения влаги. По окончании восстановления катализатора продолжают до прекращения выделения влаги. По окончании восстановления катализатора снижают температуру в реакторе до температуры очистки 150 °С.

4.10.2.2. Подготовка пробы

10 г испытуемого катализатора дробят, рассеивают и для испытания берут 0,15 г катализатора с зернением 0,5÷0,25 мм взвешенного с погрешностью 0,0002 г. Пробу смешивают с 15 $см^3$ кварца того же зернения, как и проба, помещают в реактор. Реактор с испытуемым образцом катализатора устанавливают в электрическую печь, приваривают реактор к установке и проверяют всю установку на герметичность при помощи U- образного манометра, заполненного водой.

При достижении герметичности всю установку продувают на холоде водородом в течение 15-20 минут. Затем закрывают бензольную линию. Продувают со скоростью 40 л/час только узел восстановления при циркуляции в течение 20-30 минут. Включают циркуляцию водорода при расходе 40 л/час и равномерно со скоростью 3 °С в минуту поднимают температуру в реакторе до 200 °С, выдерживают реактор при этой температуре в течение 2-х часов.

4.10.2.3. Гидрирование бензола в циклогексан

После окончания восстановления электропечь снимают с реактора. Вместо нее устанавливают стакан с кипящей водой, под стакан устанавливают электроплитку. Выключают циркуляцию водорода и переходят на бензольную линию. Устанавливают расход через испаритель 6,2 л/час. В испаритель водород подают через пористую стеклянную пластину или через фильтр-тигель.

Водород барботирует через слой бензола высотой 140 мм при температуре 27-30 °С. В конденсаторе при температуре 20 ± 0,1 °С, избыток бензола конденсируется, смесь водорода и паров бензола поступает в реактор со скоростью 6,2 л/час. Скорость циркуляции газовой смеси 400 ÷ 500 л/час.

Гидрирование бензола проводят при температуре в зоне реакции 100 ± 1 °С. Из реактора смесь водорода, паров бензола и циклогексана поступает в ловушку, опущенную в сосуд Дьюара с охлаж-

дающей смесью (сухой лед с ацетоном или спиртом гидролизным). В ловушках вымораживается смесь бензола и циклогексана, а избыточный водород сбрасывается в атмосферу. Испытание ведут в течение двух часов после получения постоянных показателей, с отбором пробы через каждые I5-20 минут.

На рефрактометре при температуре 20 °С определяют коэффициент преломления собранного конденсата и по графику, построенному на основании данных таблицы I, находят процентный состав.

Степень гидрирования бензола (г), в %, определяют по формуле:

$$Г = 100 - В$$

где В - мольная доля бензола в продукте реакции, найденная по графику:

Таблица I

Коэффициент преломления	Мольная доля бензола (В),%	Коэффициент преломления	Мольная доля бензола (В), %
I,4266	0,0	I,4697	67,0
I,4290	4,95	I,4776	76,I4
I,4320	I0,79	I,4822	8I,32
I,4379	2I,34	I,4866	85,89
I,4440	3I,57	I,49I4	90,84
I,4488	38,97	I,4960	95,30
I,4542	46,94	I,50I0	I00,0
I,4575	5I,44		

Скорость гидрирования $\frac{\text{бензола г бензола}}{\text{г. катализатора час}}$

определяют по формуле: $W = \frac{\alpha \cdot m}{a}$

где $\alpha = \frac{Г}{100}$ - мольная доля циклогексана в конденсате;

m - масса бензола в газовой смеси, г/час,

a - масса навески катализатора, г.

За результат анализа принимают среднее арифметическое последних 3-4 показателей, полученных при гидрировании бензола и значение скорости гидрирования должно соответствовать требованиям настоящих технических условий.

5. УПАКОВКА, МАРКИРОВКА, ТРАНСПОРТИРОВКА И ХРАНЕНИЕ

5.1. Упаковка

Катализатор упаковывают в металлические барабаны с продольными фальцовыми и поперечными закатными швами ГОСТ 5044-79, тип П, исполнения Б-I, вместимостью 25 литров.
Условное наименование барабана БТБ$Б_{П}$ - 25 ГОСТ 5044-79.

5.2. Маркировка

5.2.1. На каждый барабан наносят несмывающейся краской:
наименование предприятия-изготовителя; или товарный знак;
номер партии;
наименование катализатора;
дату изготовления;
масса нетто;
номер настоящего отраслевого стандарта.

5.2.2. Каждая партия катализатора сопровождается документом, удостоверяющим качество и соответствие его требованиям настоящего отраслевого стандарта.

Документ должен содержать:
наименование предприятия-изготовителя; или товарный знак;
наименование катализатора;
номер партии и число мест;
дату изготовления;
масса нетто партии;
показатели качества продукции, согласно требованиям настоящего отраслевого стандарта.

5.2.3. Внутрь каждого барабана вкладывается этикетка, помещенная в целофановый пакет и имеет те же надписи, что и маркировка барабана.

5.2.4. На каждое грузовое место наносится транспортная маркировка по ГОСТ 14192-77, содержащая основные, дополнительные, информационные надписи и знак опасности по ГОСТ 19433-88, соответствующий классу опасности 9, подклассу 9.2. Классификационный шифр - 923.ООН.

5.3. Транспортирование и хранение

5.3.1. Катализатор транспортируется всеми видами транспорта.

Катализатор перевозится в крытых вагонах повагонными отправками в пакетированном виде с загрузкой вагонов до полного использования вместимости (грузоподъемности). Пакетирование производится по ГОСТ26663-85 на плоских поддонах по ГОСТ 26381-84. Средства скрепления грузов в пакеты по ГОСТ 21650-76, размеры пакетов по ГОСТ 24597-81. Масса пакета не более 1 т.

Допускается по согласованию с потребителем отправлять катализатор в непакетированном виде.

5.3.2. Барабаны с катализатором должны храниться в чистом, сухом помещении предприятия-изготовителя или потребителя и отдельно от других продуктов.

5.3.3. Барабаны с катализатором укладываются в штабели. Расстояние между штабелями должно быть таким, чтобы обеспечивалось удобство штабелирования катализатора при помощи автопогрузчиков. Во всех случаях эти расстояния не должны быть менее 3 м.

Барабаны с катализатором при хранении укладываются в штабели.

6. ГАРАНТИИ ПОСТАВЩИКА

6.1. Катализатор должен быть принят техническим контролем предприятия-поставщика (изготовителя). Поставщик должен гарантировать соответствие катализатора требованиям настоящего отраслевого стандарта, эксплуатации, транспортирования и хранения, установленных настоящим отраслевым стандартом.

6.2. Гарантийный срок хранения катализатора (только в таре и упаковке поставщика при соблюдении условий хранения) устанавливается три года со дня изготовления партии.

6.3. По истечении гарантийного срока хранения катализатор должен быть проверен на соответствие требованиям настоящего отраслевого стандарта. Перед каждым применением и при установлении соответствия может быть использован потребителем по прямому назначению.

Заместитель директора
по научной работе ГИАП Новиков

Заместитель директора
по научной работе ЧФ ГИАП Папакевопуло К.В.

СОГЛАСОВАНО
Главный инженер
Чирчикского ПО "Электрохимпром" Юсупов П.П.

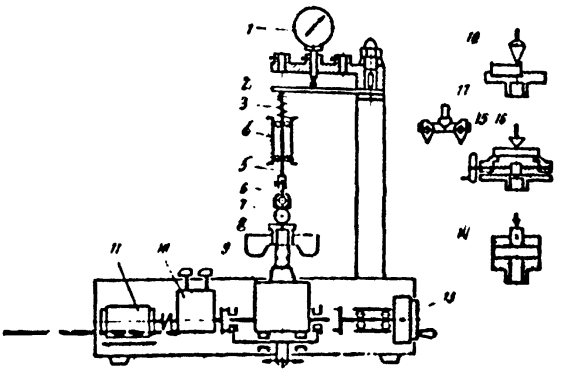

Рис. 1. Прибор для определения механической прочности.

1 – индикатор;
2 – тарированная пружина;
3 – эластичная пружина;
4 – направляющее устройство;
5 – шток;
6 – столик;
7 – призма;
8 – рабочий столик;
9 – редуктор;
10 – коробка скоростей;
11 – синхронный электродвигатель;
12 – механизм переключения привода;
13 – маховичок;
14 – специальное приспособление; позволяет производить испытания на срез по двум плоскостям образцов с круглым и квадратным сечениями;
15 – раздвижная опора;
16 – призма;
17 – раздвижной клин;
18 – конус.

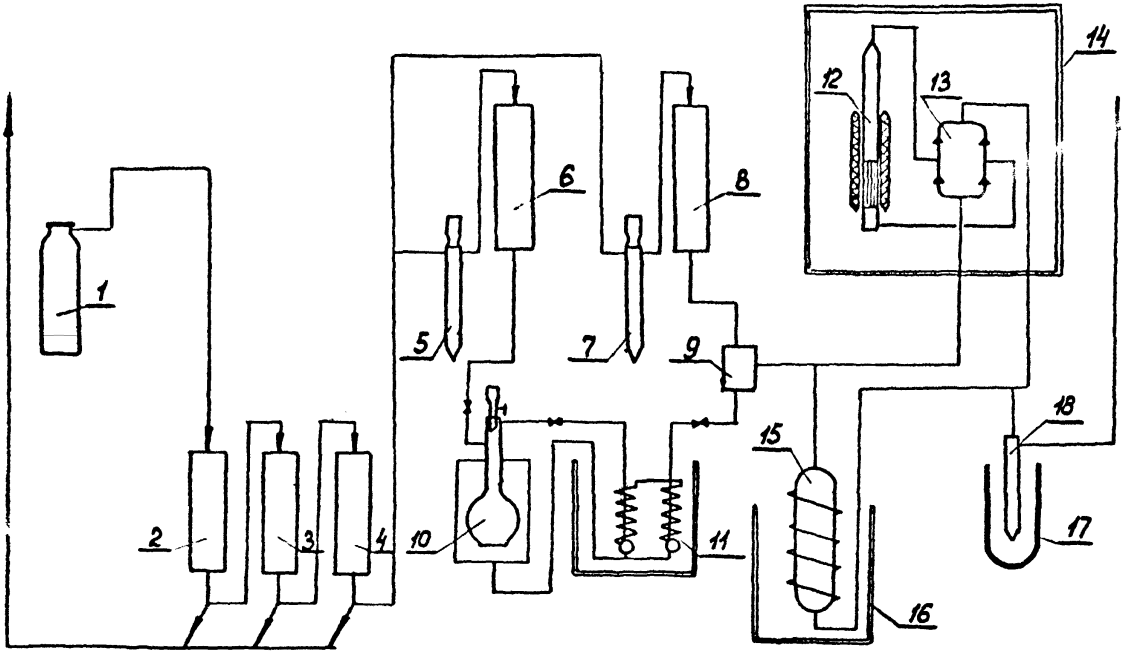

Рис.3 Проточно-циркуляционная установка

I- водородный баллон, 2- предкатализ, 3,4,6,8 - осушительные колонки, 5,7 - ресметры, 9- смеситель, I0- насытитель, II- конденсатор, I2- циркуляционный насос, I3-клапанная коробка, I4- воздушный термостат, I5-реактор, I6- электропечь, I7- сосуд Дьюара, I8- ловушка.

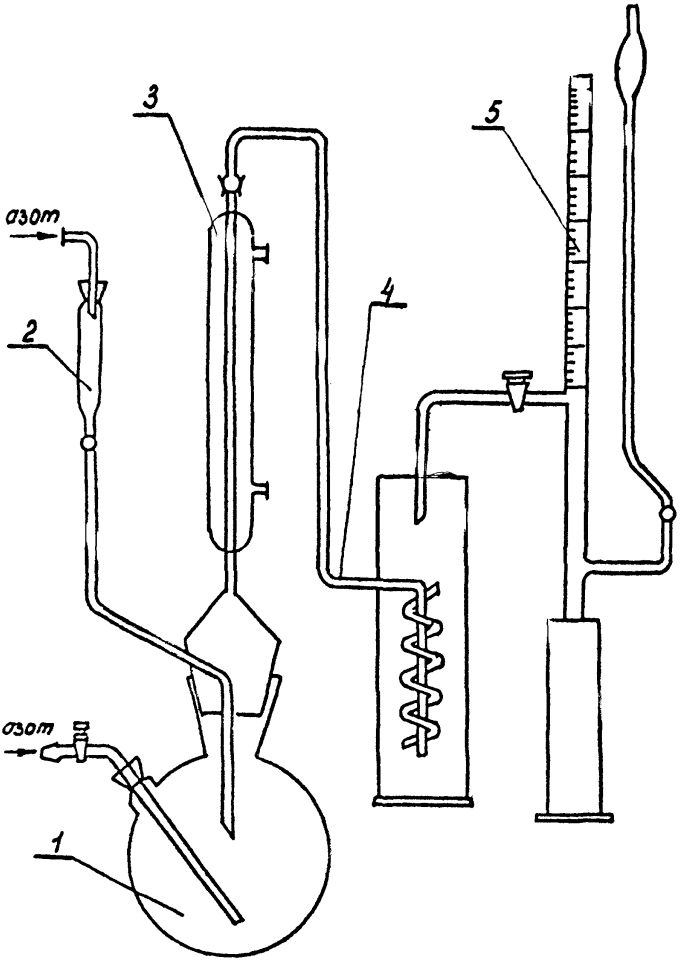

Рис.2 Прибор для определения серы в катализаторе
1-колба, 2- воронка, 3- холодильник, 4- поглотитель
5- микробюретка

ИНФОРМАЦИОННЫЕ ДАННЫЕ

I. УТВЕРЖДЕН ГИАП

ИСПОЛНИТЕЛИ

Параскевопуло К.В. ,Юсупов П.П. , Олевский В.М., Добровольский О.А

2. ЗАРЕГИСТРИРОВАН

за № от I990г.

3. Срок первой проверки - I996г.

Периодичность проверки - 5 лет.

4. ВЗАМЕН ОСТ II3-03-3I4-86

5. ССЫЛОЧНЫЕ НОРМАТИВНО-ТЕХНИЧЕСКИЕ ДОКУМЕНТЫ

Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер пункта,подпункта приложения
ГОСТ I2.I.007-76	2.8
ГОСТ 6I-75	4.8.I
ГОСТ I66-80	4.2.I ; 4.3.I
ГОСТ I594-69	4.7.I
ГОСТ I770-74	4.4.I;4.5.I;4.8.I;4.9.I
ГОСТ 2603-79	4.8,I;4.I0.I
ГОСТ 3022-80	4.I0.I
ГОСТ 3II8-77	4.8.I
ГОСТ 3760-79	4.5.I
ГОСТ 4I99-76	4.5.I
ГОСТ 4204-77	4.5.I;4.6.I
ГОСТ 4232-74	4.6.I
ГОСТ 4328-77	4.8.I
ГОСТ 45I7-87	4.5.I;4.6.I
ГОСТ 49I9.I-76	4.5.I
ГОСТ 49I9.2-77	4.5.I
ГОСТ 5044-79	5.I
ГОСТ 5230-74	4.8.I

Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер пункта, подпункта приложения
ГОСТ 5789-78	4.7.I
ГОСТ 5955-75	4.I0.I
ГОСТ 6507-78	4.2.I
ГОСТ 6709-72	4.5.I;4.6.I;4.8.I
ГОСТ 6907-72	4.5.I
ГОСТ 7328-82	4.4.I;4.5.I;4.6.I;4.7.I;4.8.I
ГОСТ 8I36-85	4.I0.I
ГОСТ 9I47-80	4.9.I
ГОСТ 9293-74	4.8.2
ГОСТ I0I63-76	4.6.I
ГОСТ I0I65-79	4.8.I
ГОСТ I0398-76	4.5.I
ГОСТ I0652-73	4.5.I
ГОСТ I2I62-77	4.I0.I
ГОСТ I4I92-77	5.2.4
ГОСТ I8300-87	4.8.I
ГОСТ I9433-88	5.2.4
ГОСТ 20292-74	4.5.I;4.6.I;4.8.I
ГОСТ 2I650-76	5.2.4
ГОСТ 24I04-80	4.4.I;4.6.I;4.7.I;4.8.I;4.9.I
ГОСТ 24597-8I	5.3.I
ГОСТ 25336-82	4.5.I;4.6.I;4.7,I
ГОСТ 25794.I-83	4.8.I
ГОСТ 25794.2-83	4.8.I
ГОСТ 2638I-84	5.3.I
ГОСТ 26663-85	4.5.3.I

Обозначение НТД, на которые дана ссылка	Номер пункта, подпункта приложения
ГОСТ 27068-86	4.6.I
ТУ II3-03-07-50-87	4.I0.I
ТУ 6-09-2878-73	4.5.I
ТУ 6-09-4681-78	4.5.I

gost.e-ecolog.ru