



中华人民共和国国家标准

GB/T 38602—2020

湿式催化氧化有机废水催化剂活性 试验方法

Test method of catalytic activity for catalytic wet oxidation of
organic wastewater

2020-03-31 发布

2021-02-01 实施

国家市场监督管理总局
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:西安凯立新材料股份有限公司、西北有色金属研究院、山东清博生态材料综合利用有限公司、中石化南京化工研究院有限公司、广东新虎威实业投资有限公司。

本标准主要起草人:杨乔森、曾永康、曾利辉、李小虎、金晓东、李霖、刘丽霞、张志涛、郑建棠、邱爱玲。



湿式催化氧化有机废水催化剂活性 试验方法

1 范围

本标准规定了湿式催化氧化有机废水催化剂活性试验方法。

本标准适用于以 TiO_2 、 CeO_2 、 ZrO_2 、 $\text{TiO}_2\text{-ZrO}_2$ 、 C 、 $\gamma\text{-Al}_2\text{O}_3$ 为载体,以 Ru、Pd、Pt、Mn、Cu、Fe、Ce 中一种或多种元素为主要活性组分,用于湿式催化氧化含苯环类有机废水用负载型催化剂。

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—2012 试验筛 技术要求和检验 第1部分:金属丝编织网试验筛

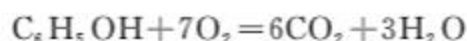
GB/T 6679 固体化工产品采样通则

GB/T 6682 分析实验室用水规格和试验方法

GB/T 32208 化学需氧量(COD)测定仪

3 原理

废水中的苯酚在一定温度、压力及催化剂的作用下,被氧气氧化生成二氧化碳和水,其化学反应方程式如下:



通过测定反应前后苯酚废水中的化学需氧量(COD),计算出苯酚废水中化学需氧量(COD)的去除率,以此表征催化剂的活性。

4 试剂或材料

4.1 苯酚:纯度大于 99.0%。

4.2 去离子水:GB/T 6682 规定的二级水。

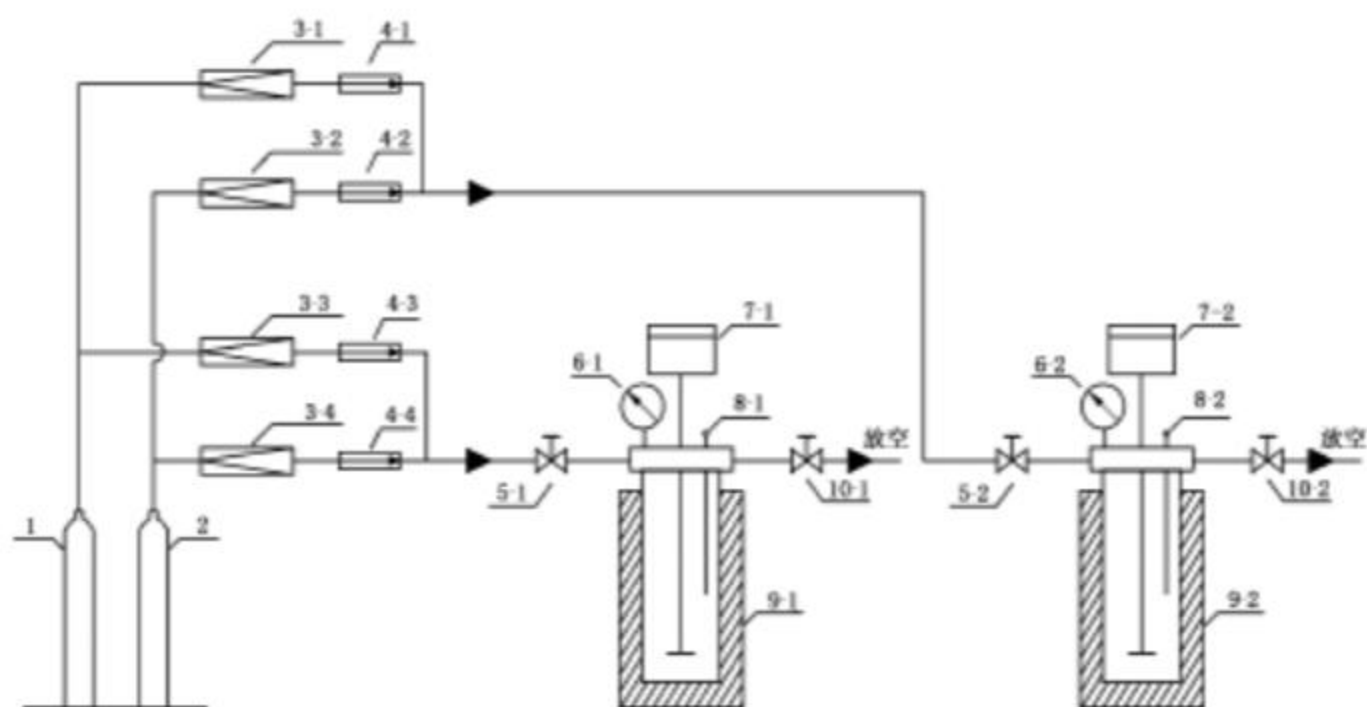
4.3 氧气:纯度大于 99.5%。

4.4 氮气:纯度大于 99.5%。

5 试验装置

5.1 装置

湿式催化氧化有机废水催化剂活性试验装置示意图见图 1。



说明：

- 1 —— 氮气瓶；
- 2 —— 氧气瓶；
- 3-1、3-3 —— 氮气减压阀；
- 3-2、3-4 —— 氧气减压阀；
- 4-1~4-4 —— 单向安全阀；
- 5-1、5-2 —— 进气阀；
- 6-1、6-2 —— 压力表；
- 7-1、7-2 —— 磁力耦合器；
- 8-1、8-2 —— 测温热电偶；
- 9-1、9-2 —— 反应釜；
- 10-1、10-2 —— 泄压阀。

图 1 湿式催化氧化有机废水催化剂活性试验装置示意图

5.2 主要性能

湿式催化氧化有机废水催化剂活性试验装置主要性能设计参数见表 1。

表 1 活性试验装置主要设计参数

序号	项 目	性 能 参 数
1	反应釜规格 (TA10 钛材)/mL	500
2	最高使用压力/MPa	10
3	最高使用温度/℃	300
4	最高使用转速/(r/min)	1 500
5	平行性(极差值)/%	≤3
6	复现性(极差值)/%	≤3

5.3 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一次,其测定方法按第7章和第8章的规定。

6 样品

6.1 实验室样品

按 GB/T 6679 的规定取得。

6.2 试样

取适量实验室样品置于玛瑙研钵内研细,使试样全部通过 $75\ \mu\text{m}$ 的试验筛(按照 GB/T 6003.1—2012 中 R40/3 系列),将磨好的试样放入称量瓶中,在 $110\ \text{℃}\pm 5\ \text{℃}$ 下干燥 5 h,取出置于干燥器中,冷却至室温,备用。

6.3 试料

称取 1 g 催化剂试样,精确至 0.001 g,备用。

7 试验步骤

警示——本标准所涉及的试验用原料和试剂对人体健康和安全具有中毒、易燃、易爆危害,必须严防试验装置漏气,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;高压釜严禁带压进行拆卸操作;本标准并未揭示所有可能的安全问题,使用者应严格按照有关规定正确使用,并有责任采取适当的安全和健康措施。

7.1 原料配制

称取 5 g 苯酚,精确至 0.1 g,置于 1 000 mL 容量瓶中。将容量瓶置于 $75\ \text{℃}$ 的水浴中,用去离子水定容至 1 000 mL。

7.2 反应釜的装料

在 500 mL 的高压反应釜中依次加入 200 mL 原料和催化剂试料(6.3),盖上釜盖,均匀拧紧螺母后,将其接入试验装置。

7.3 试漏

打开氮气阀,向试验装置通入氮气,将试验装置升压至 2.0 MPa,关闭试验装置进出口阀门。如在 30 min 内压力下降小于 0.05 MPa,则视为试验装置密封。打开试验装置出口阀,使试验装置降压至常压,并将测温热电偶插入热电偶套管内。

7.4 气体置换及活性测定

用氮气将试验装置置换三次,排气降压至常压后,改通氧气,置换三次,再排气降压至常压后,将反应釜升温加热。反应釜升温至 $180\ \text{℃}$ 时,通入氧气,1 min 内将试验装置压力升至 2.0 MPa,控制并保持反应釜压力为 2.0 MPa、温度为 $180\ \text{℃}\pm 2\ \text{℃}$ 、搅拌速度为 1 200 r/min。1 h 后,结束试验。

7.5 停车

关闭氧气,打开冷却水,待反应釜降温至 60 ℃ 以下,泄压。用氮气置换试验装置三次后,取样、分析,用去离子水清理干净反应釜釜体。

7.6 化学需氧量(COD)的测定

以 7.5 中所收集的产物为被测样品。吸取 10.00 mL 被测样品,置于 100 mL 容量瓶中,定容至 100 mL 后,按 GB/T 32208 的规定,测定产物中化学需氧量(COD)(以质量浓度计)。同时按上述步骤,测定原料中化学需氧量(COD)。

8 试验数据处理

催化剂活性以化学需氧量(COD)的去除率 E 计,按式(1)计算:

$$E = \frac{\rho_1 - \rho_2}{\rho_1} \times 100\% \quad \dots\dots\dots(1)$$

式中:

ρ_1 ——原料中化学需氧量(COD),单位为毫克每升(mg/L);

ρ_2 ——产物中化学需氧量(COD),单位为毫克每升(mg/L)。

取三次连续测定结果的算术平均值作为测定结果,三次测定结果的极差值应不大于 3%。

